

N° D'ORDRE

343

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR-ÈS-SCIENCES
MENTION SCIENCES APPLIQUÉES

PAR

Claude DAUMARD

Ingénieur INSA

PREMIÈRE THÈSE

ÉTUDE DE GARNISSAGES EN TISSUS MÉTALLIQUES POUR COLONNES INDUSTRIELLES APPLICATIONS A LA DISTILLATION

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 16 Novembre 1964 devant la Commission d'examen

MM. Ch. EYRAUD Président

J. DREUX... }
L. SICARD.. } Examineurs

LYON

Imprimerie Lescuyer

1964

N° D'ORDRE

343

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR-ÈS-SCIENCES
MENTION SCIENCES APPLIQUÉES

PAR

Claude DAUMARD

Ingénieur INSA

PREMIÈRE THÈSE

ÉTUDE DE GARNISSAGES EN TISSUS MÉTALLIQUES POUR COLONNES INDUSTRIELLES APPLICATIONS A LA DISTILLATION

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 16 Novembre 1964 devant la Commission d'examen

MM. Ch. EYRAUD Président
J. DREUX... }
L. SICARD.. } Examineurs

LYON
Imprimerie Lescuyer

1964



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41554209_0031

UNIVERSITE DE LYON

FACULTE DES SCIENCES

Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, DOUIN, MOUSSA, GAUTHIER Henri.

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, de LARAMBERGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD, DOUIN, Henri EYRAUD, DEJARDIN, VIRET.

Doyen

M. BRACONNIER

Assesseurs

MM. MESNARD, BOIDIN

Professeurs

MM. LONGCHAMBON	Minéralogie
PRETTRE	Chimie industrielle
COURTY	Chimie-Physique
KUHNER	Botanique
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie minérale
AUMERAS	Chimie
COLONGE	Chimie organique
JANIN	Physique générale
FLANDRIN	Géologie appliquée
BERNARD	Physique industrielle
DUFAY Jean	Astronomie
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER Henri	Géologie générale
WAUTIER	Zoologie
CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Calcul différentiel et intégral
EYRAUD Charles	Chimie-Physique appliquée
SARAZIN	Physique nucléaire
BOIDIN	Microbiologie et Mycologie
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique

Professeurs (suite)

GRANDMONTAGNE	Physique
BOUTILLIER	Minéralogie
LAFOUCRIERE	Physique nucléaire théorique
DREUX	Chimie organique
TEICHNER	Chimie industrielle
PAVANS DE CECCATTY	Zoologie
MERLIN	Chimie analytique
DUFAY Maurice	Physique de l'atmosphère
LUBET	Physiologie
PHILBERT	Physique nucléaire
COHEN-ADAD	Chimie
DAVID Louis	Géologie générale
CHANEL	Psychophysiologie
MAURY	Méthodes mathématiques de la Physique
DEPRAZ	Physique nucléaire
GAUTHIER Jean	Chimie
GAUME	Physique expérimentale

Professeurs sans chaire

IM. FERON	Mathématiques
LAFORGUE	Physique
LEGAY	Zoologie expérimentale S.P.C.N.
UZAN	Physique S.P.C.N.
CHENEVOY	Géologie appliquée
GINET	Zoologie
ASCH	Physique
MICHEL Pierre	Minéralogie
DUCET	Biologie végétale
le MAITROT	Physique
IM. GEVIN	Géologie générale
PONASSE	Mathématiques
d'INCAN	Physique
LEFEBVRE	Mathématiques
PERNET	Mathématiques
CHERY	Physique
BERGEON	Physique C.S.U.
le GAUTHERON	Chimie biologique

Maîtres de Conférences

me ERICSON	Physique générale
IM. MARTEL	Mécanique
MATHIEU	Mécanique des Fluides
ERBEIA	Physique
DESCOTES	Chimie organique
PICARD Philippe	Mathématiques
LEMOIGNE	Botanique
DEMARCO	Géologie générale

Maîtres de Conférences (suite)

LEBRETON	Biologie végétale
DAVID Jean	Biologie animale
TOUSSET	Chimie propédeutique
FEUVRAIS	Physique Electricité
PICARD Claude	Mathématiques
SCHMITT	Physique M. P. C.
LAURENT	Chimie organique
ROT	Mathématiques
BETHOUX	Mathématiques
Mle CALAIS	Mathématiques

Maître de Conférences adjoint

M. PIERRON	Chimie
------------	--------

Conseiller Administratif

M. BURNET

Secrétaire Principal Honoraire

M. ROUX

A ma Grand-Mère

A mes Parents

En témoignage de ma gratitude
et de ma profonde affection.

A ma Femme

A ceux qui me sont chers

**ÉTUDE DE
GARNISSAGES EN TISSUS MÉTALLIQUES
POUR COLONNES INDUSTRIELLES**

APPLICATIONS A LA DISTILLATION

AVANT - PROPOS

Le présent travail a été effectué dans le service de Thermodynamique du Département de Mécanique de l'Institut National des Sciences Appliquées de LYON, sous la direction de Monsieur le Professeur Charles EYRAUD, Chef de ce Département. Qu'il veuille bien accepter l'expression de notre profonde gratitude pour nous avoir accueilli dans son service de recherche, pour le soutien qu'il nous a apporté et l'honneur qu'il nous fait en acceptant de présider le jury de notre thèse.

Puisse Monsieur SICARD, Maître de Conférences à l'I.N.S.A. et Chef du Service de Thermodynamique, trouver ici le témoignage de notre grande reconnaissance pour avoir guidé nos travaux et nous avoir prodigué ses conseils à l'occasion de chaque difficulté rencontrée.

Nous adressons nos vifs remerciements à Monsieur le Professeur DREUX qui a bien voulu accepter de faire partie de notre jury.

Que la Société TISSMETAL, LIONEL-DUPONT, TESTE & COMPAGNIE, Département TOILES METALLIQUES, veuille bien accepter nos sincères remerciements pour l'aide tant matérielle que technique qui nous a été assurée tout au long de ce travail.

Nous sommes heureux de saluer l'extrême conscience et le dynamisme de Messieurs LAVEUR, BRETON et BRIZARD sans la participation desquels les innombrables mesures qu'implique le présent travail, eussent été impossibles.

Nous n'oublions pas non plus l'aide matérielle apportée par le personnel technique et remercions vivement Monsieur GOUX du Laboratoire de Thermodynamique de l'I.N.S.A. et Monsieur Henry ARGAUD du Laboratoire de Génie Chimique de la Faculté des Sciences.

Enfin, que nos camarades chercheurs trouvent ici l'hommage que nous rendons à leur esprit d'équipe, esprit amical et sympathique qui anime et personnalise le service de recherche sous l'autorité et la haute compétence de Monsieur SICARD.

SYMBOLES et UNITES

$[c]$	= Concentration molaire
C_{lM}	= Chaleur latente molaire de vaporisation
c_M	= Chaleur spécifique molaire à pression constante
$d, D, \varnothing$	= Diamètres en m
D	= Coefficient de diffusion en $m^2 s^{-1}$
G	= Débit massique de liquide ramené à l'unité de section droite de colonne = $kg/m^2 \cdot s$
ΔH	= Perte de charge exprimée en mm de colonne d'eau
H.E.P.T.	= Hauteur équivalente à un plateau théorique en m.
H.U.T.	= Hauteur d'unité de transfert en m
k, K	= Coefficients numériques
L	= Débit massique de gaz ou de vapeur ramené à l'unité de section droite de la colonne : $kg/m^2 \cdot s$
m	= Masse volumique du garnissage - M = Masse molaire
N.P.T. ou N	= Nombre de plateaux théoriques (P-T)
N.U.T.	= Nombre d'unités de transfert (U.T)
P, p	= Pression relative en Pascal ou en mm de colonne de mercure
Q	= Débit massique en kg/s
R	= Taux de reflux (sans dimension)
R_m	= Taux de reflux minimum
R_e	= Nombre de Reynolds
S	= Aire de la section droite de la colonne en m^2
s	= Surface volumique du garnissage en m^2/m^3
S_c	= Nombre de Schmidt
T	= Température en $^{\circ}C$ ou $^{\circ}K$
t	= Temps en seconde (s) ou en heure (h)
U	= Vitesse de la phase gazeuse dans la colonne supposée vide en m/s
U_c	= Vitesse corrigée et ramenée aux conditions du système air-eau
x	= Concentration molaire du constituant le plus volatil en phase liquide
y	= Concentration molaire du constituant le plus volatil en phase gazeuse
y^*	= Concentration molaire du constituant le plus volatil en équilibre avec la concentration x
z	= Cote d'un niveau donné de la colonne ou du garnissage
Z_i	= Hauteur de garnissage comprise entre deux plateaux distributeurs
Z_t	= Hauteur totale du garnissage de la colonne

α	= Coefficient de volatilité relative du constituant le plus volatil par rapport à l'autre constituant
β	= Rétention en liquide exprimée en % du volume libre du garnissage
β_d	= Rétention dynamique %
β_s	= Rétention statique %
β_t	= Rétention totale %
ε	= Porosité volumique ou degré de vide en % du volume garni
ε'	= Porosité de la section droite en % de l'aire de la section droite
Γ	= Accélération en $m \cdot s^{-2}$
μ	= Viscosité du fluide en $m^2 \cdot s^{-1}$
γ	= Coefficient de vitesse
ρ	= Masse volumique du fluide kg/m^3
σ	= Contrainte mécanique en Pa, ou Tension superficielle

Indices utilisés

a	= Air
b	= Bas ou fond de colonne
e	= Eau
d	= Distillat
G	= Gaz
h	= Haut ou tête de colonne
i	= Valeur locale ou individuelle
L	= Liquide
M	= Molaire
m	= Valeur moyenne
r	= Reflux
s	= Soutirage
t	= Valeur totale
ch	= Point de charge
eg	= Point d'engorgement
egc	= Point d'engorgement complet

INTRODUCTION

Parmi les nombreuses opérations de transfert pratiquées dans le vaste domaine du Génie Chimique, la distillation est incontestablement la plus ancienne. ARISTOTE signalait déjà un procédé de séparation de l'eau salée par chauffage et condensation(41). Depuis la fin du Moyen-Age, où les techniques de distillation ont subi un développement prodigieux sous l'impulsion des parfumeurs extrayant leurs "huiles essentielles", et surtout grâce aux efforts des Alchimistes parvenant à obtenir la "quintessence" par 5 opérations successives, les hommes se sont ingénies à améliorer les procédés de contact. C'est seulement vers 1818 que l'on voit apparaître les premières colonnes à plateaux : plateaux à cloches ou plateaux perforés qui sont toujours employés dans les unités industrielles et n'ont fait l'objet depuis près de 150 ans que de modifications de détail.

Il faut cependant attendre les travaux de RAOULT, ceux de DALTON sur les équilibres, et surtout la théorie générale de SOREL en 1893 pour comprendre le mécanisme de la rectification. Les travaux de PONCHON et SAVARIT 1922 et de MAC CABE et THIELE 1925 par l'introduction de simplifications rendent la théorie de SOREL applicable en pratique.

Il est difficile de situer les premières applications des garnissages comme procédés de contact. Leur emploi est probablement contemporain de celui des plateaux, mais ils se sont surtout développés en vue du traitement des liquides très corrosifs. GAY-LUSSAC utilise des garnissages pour l'absorption des produits nitreux issus des chambres de plomb.

Les premiers matériaux employés sont des pierres poreuses, des morceaux de quartz, du coke, des billes de verre. Viennent ensuite des solides de formes plus évoluées dont les principaux sont : les anneaux RASCHIG, les selles de BERL, de distilox, d'intalox (60) etc... Ces solides obtenus par moulage de céramiques présentent des surfaces volumiques et des porosités relativement faibles. Il en résulte de grandes pertes de charge et des vitesses d'engorgement très faibles. De plus, les hauteurs équivalentes à un plateau théorique H.E.P.T. sont élevées, le liquide suivant dans la structure désordonnée des cheminements préférentiels. Malgré ces défauts, auxquels il faut ajouter la friabilité, et la masse volumique élevée, il est incontestable que les anneaux RASCHIG sont les garnissages les plus employés encore de nos jours. Récemment ils ont fait l'objet d'études approfondies (1) (2) (55).

Si l'emploi de ces matériaux peut encore se justifier dans les applications à des produits très corrosifs, les procédés métallurgiques modernes, et le développement des aciers inoxydables, offrent actuellement des possibilités de structures beaucoup mieux adaptées aux problèmes de contact.

Les premiers garnissages métalliques employés reproduisaient néanmoins, aussi fidèlement que possible les formes traditionnelles justifiées surtout par les procédés de moulage. C'est ainsi que l'on trouve les anneaux RASCHIG métalliques obtenus par tronçonnage de tubes, ou par soudure, les anneaux en toiles métalliques : DIXON (36) BORAD (35), les selles en toile métallique : MAC MAHON (39), les anneaux en tôle emboutie : CANNON (32), les hélices (31); ces garnissages présentent par rapport aux précédents, des porosités accrues, et des surfaces volumiques généralement supérieures. Certains atteignent même des efficacités très élevées dans les colonnes de petit diamètre. Tous sont cependant tributaires des mêmes défauts : leur efficacité diminue très vite lorsque le diamètre de la colonne dépasse 150 mm environ, et leur prix élevé les rend difficilement applicables aux installations de production.

Beaucoup plus intéressantes sont les structures nouvelles constituant les SPRAYPACK et PANAPACK (37), les STEDMAN (34) et les MULTIKNIT.

Les SPRAYPACK et PANAPACK réalisés en métal déployé sont surtout utilisables dans les grandes colonnes ; ils fournissent des pertes de charge très faibles, mais leur surface réduite entraîne une faible efficacité. Les STEDMAN sont au contraire réputés pour leur très grande efficacité, mais ne permettent que des débits modestes. Les MULTIKNIT réalisent un compromis avantageux, assurant une efficacité élevée pour des pertes de charge modérées . . De plus leur présentation les rend d'un emploi particulièrement simple.

Ces derniers garnissages sont apparus en Amérique sous le nom de GOODLOE Packing, en Angleterre sous le nom de MULTIFIL et en France sous le nom de MULTIKNIT à partir des années 1956-1958. A notre connaissance, encore très peu d'études ont été réalisées sur leurs caractéristiques. Nous citerons simplement les travaux de BRAGG (32) relatant des essais en colonne à distiller de diamètres inférieurs à 152 mm. On sait qu'outre Atlantique ces matériaux équipent de nombreuses colonnes dont les diamètres atteignent 2 m et les hauteurs 15 m (38) p. 309. En France, ils sont utilisés par de Grandes Sociétés Chimiques dans des colonnes dépassant 400 mm de diamètre et pouvant atteindre 10m de hauteur, mais aucun résultat n'a été publié.

Le premier objectif qui nous fut assigné lorsque nous avons entrepris le présent travail fut de déterminer en colonne à distiller les caractéristiques des premiers garnissages qui nous étaient proposés par la Société TISSMETAL. Les résultats insuffisants obtenus avec les garnissages initiaux nous contraignirent à élargir le problème, et à l'absorber non plus dans son ensemble, mais à en séparer les principaux aspects. Nous nous sommes donc intéressés à l'écoulement de la phase gazeuse, puis à l'écoulement simultané du liquide et du gaz en utilisant un système air-eau à contre courant. Après avoir décelé l'origine des défauts des premiers garnissages, nous avons exploité quelques possibilités offertes par leur structure pour améliorer leur comportement. Nous sommes ainsi parvenus à un nouveau produit qui conserve le nom de MULTIKNIT, mais possède une structure nouvelle, lui conférant des caractéristiques dynamiques et une efficacité améliorées.(56)

La mise au point de ce matériau nous a conduit à aborder de nombreux problèmes particuliers, et à construire autant d'appareils expérimentaux, justifiant le plan que nous avons adopté pour exposer notre travail.

Dans le CHAPITRE I, une étude sommaire, et un rappel des principales propriétés de l'interface gaz-liquide met en évidence les rôles que doit remplir un garnissage. Nous en donnerons une définition générale et dégagerons les principaux caractères que doit présenter une structure fonctionnelle .

Le CHAPITRE II consacré à l'étude statique des garnissages, comporte une description des matériaux que nous avons utilisés, et le principe de la méthode de réalisation mise au point pour rendre leurs caractéristiques reproductibles.

Le CHAPITRE III contient les principaux résultats obtenus en soufflerie, résultats qui montrent l'avantage de la nouvelle structure sur l'uniformité du champ des vitesses des gaz en aval du garnissage.

Dans le CHAPITRE IV nous avons rassemblé les résultats relatifs à l'étude d'un type de plateau distributeur ou redistributeur adapté au garnissage.

Dans le CHAPITRE V nous relatons des essais "in vitro" d'un élément de structure situé dans une cellule spéciale, permettant l'étude qualitative des écoulements au sein d'une couche élémentaire de garnissage.

Le CHAPITRE VI concerne l'étude des caractéristiques purement dynamiques du matériau placé dans des conditions semblables à celles d'une colonne d'échanges utilisant le système air-eau.

Le CHAPITRE VII est consacré à l'étude de l'efficacité du garnissage en colonnes à distiller de dimensions industrielles.

Le CHAPITRE VIII nous permettra de situer les caractéristiques du MULTIKNIT Cloisonné par rapport aux autres garnissages : seul moyen réellement valable de conclure sur l'intérêt de ce nouveau matériau.

CHAPITRE I

I - GENERALITES

Les diverses opérations de transfert entre une phase gazeuse et une phase liquide (absorption, extraction, rectification etc...) peuvent être réalisées dans une colonne à parois mouillées. Cependant, un tel dispositif ayant une surface réduite présente une faible efficacité.

Pour augmenter les possibilités de contact du système, on peut alors disposer un garnissage dans la colonne, l'efficacité sera accrue, mais la perte de charge le sera également.

Qu'est-ce qu'un garnissage ? Nous nous sommes efforcés d'en donner une définition aussi générale que possible :

Un garnissage pour colonne d'échange consiste en une structure matérielle statique, chimiquement inerte, destinée à canaliser l'écoulement de phases fluides, de manière à assurer entre elles un contact intime, et favoriser ainsi le transfert de matière et de chaleur de l'une à l'autre, pour une perte de charge aussi faible que possible .

Cette définition ne fait pas intervenir:

- le sens d'écoulement des fluides : contre-courant ou courant parallèle,
- le nombre ou la nature des phases (liquides ou gaz)
- l'objet de l'échange : chaleur, matière.

Nous nous limiterons à l'étude des garnissages destinés au transfert de matière et de chaleur entre une phase liquide et une phase gazeuse mobiles à contre-courant.

L'étude générale d'un garnissage revêt plusieurs aspects : caractéristiques statiques définissant les propriétés de la structure, caractéristiques hydrodynamiques liées au régime permanent ou non de l'écoulement des phases, enfin caractéristiques d'efficacité rendant compte de l'aptitude du matériau à assurer le transfert d'une grandeur donnée d'une phase à l'autre.

II - ETUDE SOMMAIRE DES PHENOMENES DE TRANSFERT A L'INTERFACE

Le détail des mécanismes de transfert à l'interface gaz-liquide est encore très mal connu. Il fait l'objet de théories complexes et souvent contradictoires. Cependant il est utile de dégager les principaux traits de ces phénomènes physiques, afin de déduire ultérieurement le rôle que devra assurer la structure d'un garnissage de conception rationnelle. La théorie la plus connue est celle de WHITMAN et LEWIS dite du "double film". Ces auteurs admettent qu'il existe de part et d'autre de l'interface un film liquide et un film gazeux en écoulement laminaire, l'équilibre étant atteint à l'interface. Nous signalons pour mémoire la théorie de renouvellement statistique de la surface de DANCKWERTS, la théorie de la pénétration de HIGLIE, et les théories de KISHINEVSKIJ et PAMFILOV (68).

A la surface d'un liquide les molécules sont soumises à une attraction vers l'intérieur du liquide en raison de la dissymétrie due à la surface, attraction conduisant à une valeur minimum de cette dernière. Il existe aussi un mouvement des molécules de liquide vers le gaz et inversement une condensation des molécules de gaz sur la surface du liquide. Le nombre de ces molécules peut être calculé par la théorie cinétique des gaz ; on trouve pour l'eau à 20°C, le nombre de $8,5 \cdot 10^{21}$ mole/s cm² ; la surface est alors renouvelée 8 millions de fois par seconde (54) EMSCHWILLER p. 707. La surface d'un liquide, apparemment immobile, est donc à l'échelle moléculaire dans un état d'agitation des plus violents. On peut même admettre qu'il existe une zone de transition entre le liquide et le gaz ; zone que RAMAN et RAMDAS ont mesurée par polarisation de la lumière et trouvée de l'ordre de grandeur de l'épaisseur d'une molécule.

On peut donc admettre que l'équilibre thermodynamique est très vite atteint à l'interface, il en résulte que la résistance de transfert y est très faible devant celles du liquide et du gaz. Il faut noter qu'en raison de la différence des nombres de SCHMIDT pour les deux fluides,

en régime stationnaire, les molécules se déplacent beaucoup plus vite dans le gaz que dans le liquide.

$$S_c = \frac{D}{D} \approx \begin{matrix} 1000 & \text{pour les gaz} \\ 1 & \text{pour les liquides} \end{matrix} \quad (75) \text{ p. 41}$$

Alors que le transport de matière au sein de chaque phase se fait par diffusion moléculaire et turbulente (phases en mouvement) le transfert au niveau de l'interface se fait par condensation ou absorption ; certains auteurs (68) parlent même d'adsorption. Dans le cas de la distillation, le transfert de matière s'opère surtout par condensation et vaporisation, il est intimement lié à un transfert de chaleur. Une molécule de gaz venant frapper l'interface s'y condense, libérant ainsi sa chaleur latente qui est utilisée à la vaporisation d'une molécule de liquide se trouvant à proximité. RUCKENSTEIN et O. SMIGELSKI (66) ont étudié ce dernier phénomène, et montré que si les chaleurs latentes molaires des deux constituants du mélange sont différentes la condensation d'une mole du constituant le moins volatil libèrera une énergie plus grande que celle nécessaire à la vaporisation d'une mole du constituant le plus volatil. Il se produira donc une diffusion thermique de l'excès de chaleur vers le cœur du liquide, y provoquant une ébullition partielle, d'où une agitation intense dans cette phase. Ainsi coexistent au niveau de l'interface un transfert de matière et de chaleur se complétant l'un l'autre. Il s'y produit aussi des variations de quantité de mouvement liées à la vitesse relative gaz-liquide, et au frottement visqueux. BRASHFORTH (11) a montré que la contrainte de frottement appliquée au film liquide par le mouvement du gaz conduisait à un ralentissement de celui-ci, d'où une augmentation de la résistance dynamique. La loi de NEWTON (ou STOKES) s'écrit :

$$\tau_y = -\mu \frac{\partial u_y}{\partial x}$$

soit encore $\tau_y = -\mu \frac{\partial (e u_y)}{\partial x}$

où Oy est la direction de l'écoulement perpendiculaire à Ox , direction normale à la paroi ou à l'interface.

Selon la normale à la surface, on a bien un gradient de la quantité de mouvement, on peut encore parler d'un transfert par analogie avec les transferts de matière ou de chaleur, bien qu'il y ait dissipation de la quantité de mouvement par frottement visqueux. La perte de charge entre l'amont et l'aval du garnissage pour la phase gazeuse dépend de la contrainte tangentielle de frottement à l'interface, elle est donc en relation étroite avec le contact gaz-liquide, et variera dans le même sens que le transfert de matière ou de chaleur.

Ces divers phénomènes de transfert à l'interface obéissent à des lois comparables ; loi de FICK pour la diffusion moléculaire, loi de FOURIER pour la chaleur, loi de NEWTON pour le frottement visqueux qui peuvent s'écrire sous la forme générale :

$$\varphi = - \lambda \overrightarrow{\text{Grad } V} \cdot \vec{n} \quad \text{où}$$

φ = flux de matière, de chaleur ou de quantité de mouvement par unité de surface et de temps.

Ces grandeurs de position sont appelées "extensités" (53)

λ = Conductivité. C'est une propriété du milieu : conductibilité thermique, coefficient de diffusion, viscosité dynamique.

V = Potentiel (ou grandeur de tension) sous l'effet duquel s'effectue le transfert "d'extensités"

Le plus souvent seul importe le transfert dans une direction x donnée, on a alors :

$$\varphi_x = - \lambda \frac{\partial V}{\partial x}$$

Le rôle du garnissage sera donc d'assurer une aire d'interface aussi grande que possible. On peut aussi améliorer le transfert de matière en superposant aux phénomènes de diffusion décrits ci-dessus, des forces supplémentaires résultant d'actions extérieures : diffusion par pression résultant d'un gradient de température, diffusion dans un champ de forces (72) (51) p. 47.

Examinons le cas de l'interface entre un liquide constitué d'un mélange de deux corps A et B, avec la vapeur de ces deux mêmes constituants : Fig. I-1. Nous supposons que A est plus volatil que B, x et y seront respectivement les concentrations molaires en phase liquide et en phase vapeur pour le constituant A. Chaque phase est en mouvement. Pour un certain niveau z_0 de l'interface, que nous supposons verticale, les concentrations au sein du liquide et de la vapeur sont x_0 et y_0 (fig. I-2) (dans le cas de la distillation, on a généralement pour un même niveau : $y > x$). D'après la théorie de WHITMAN et LEWIS, au bout d'un instant très court, l'équilibre est atteint à l'interface où les concentrations sont respectivement x_{i_0} et y_{i_0} ; mais il est physiquement impossible de connaître ces concentrations, on peut seulement déterminer les concentrations x_0 et y_0 dans chaque phase.

Si le mouvement était stationnaire, après un temps infini, par diffusion moléculaire, les concentrations dans chaque phase atteindraient celles de l'interface. On aurait alors constitué un étage théorique. Comme il y a mouvement, l'équilibre n'est jamais atteint sur un même niveau. Considérons les concentrations x_1 , x_{i1} , y_1 et y_{i1} relatives au niveau z_1 du film (Fig. I-2b).

Dans le cas de la rectification, si $z_1 > z_0$, on a : $x_1 > x_0$ et $y_1 > y_0$.

L'écart entre les concentrations x_{i1} , y_{i1} et x_{i0} et y_{i0} dépend de la courbe d'équilibre liquide vapeur : $y = f(x)$

Si y^* est la concentration en équilibre avec x_0 , et si $y_1 = y_0^*$, le tronçon de film de hauteur $(z_1 - z_0)$ réalisera un étage théorique.

Imaginons une colonne dont le garnissage réalise un interface étendu et vertical, nous dirons que le tronçon de colonne de hauteur $(z_1 - z_0)$ réalise l'équivalent d'un étage théorique ou plateau théorique, d'où la notion de H. E. P. T. très utilisée en distillation pour exprimer l'efficacité d'une colonne garnie. La colonne apparaît alors comme une succession de tronçons réalisant chacun un étage théorique.

A cette analyse discontinue et par là même artificielle WHITMAN et LEWIS ont proposé une analyse continue qui permet l'expression différentielle de la théorie précédente. Nous en donnons les grandes lignes.

Au niveau z , pour une hauteur de colonne dz , soit ds la surface d'échange, si s = surface volumique d'échange

S = section de la colonne

$$dS = s \cdot S \cdot dz$$

le nombre de molécules du constituant A transférées s'écrit :

$$n = k_G (y - y_i) dS = k_L (x_i - x) dS$$

x et y sont les concentrations au sein de chaque phase et k_G et k_L les coefficients de transfert pour le gaz et pour le liquide.

Pratiquement, x_i et y_i ne sont pas mesurables, mais on connaît les concentrations x^* et y^* respectivement en équilibre avec y et avec x .

On suppose que le flux de matière est proportionnel à l'écart à l'équilibre :

$$n = K_G (y - y^*) dS = K_L (x^* - x) dS$$

K_G et K_L sont alors les coefficients globaux de transfert.

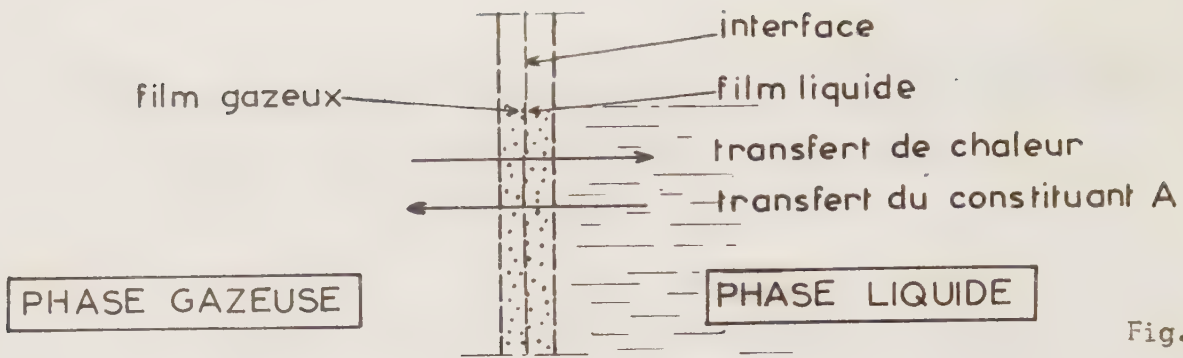


Fig. I -1-

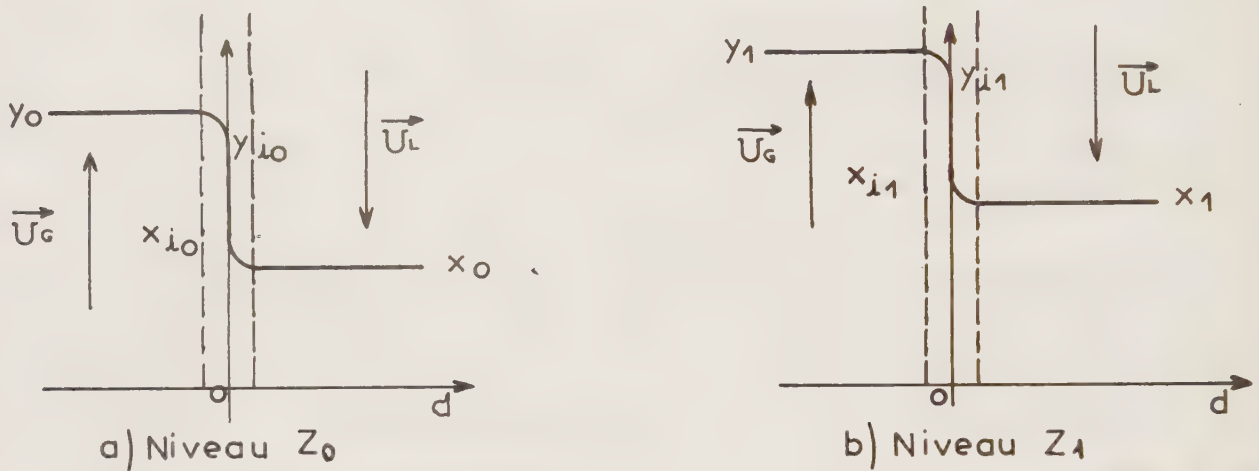
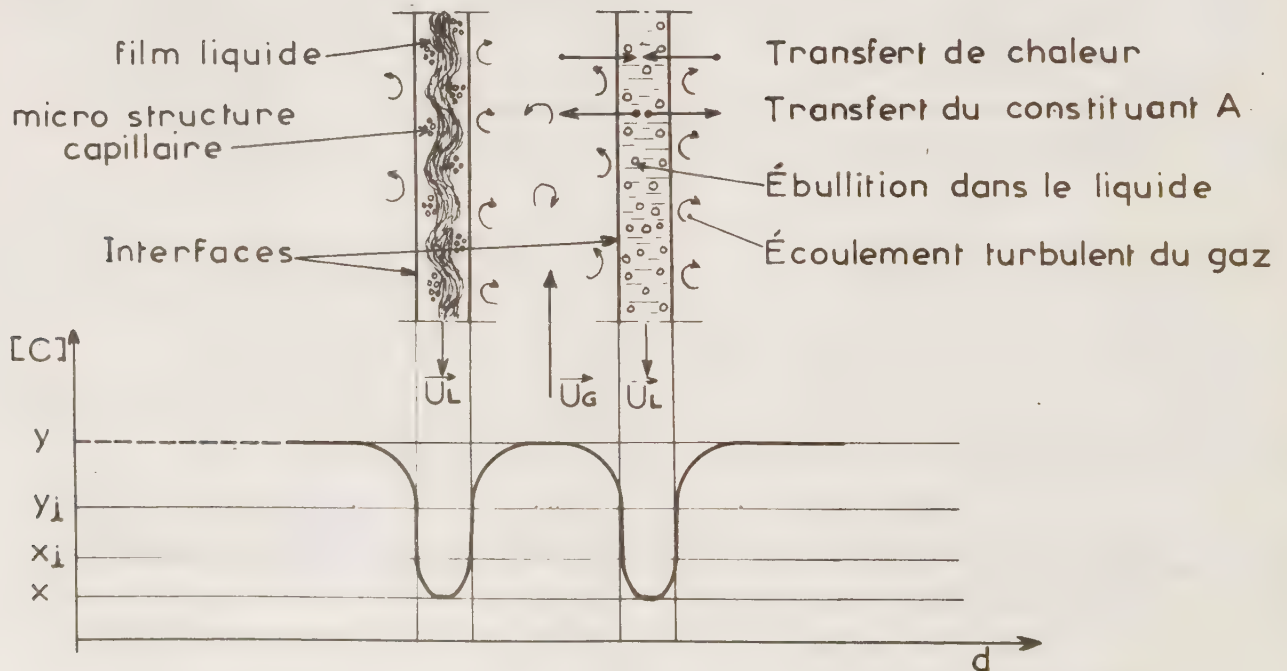


Fig. I -2-



Répartition des concentrations dans les phases liquide et vapeur pour un même niveau d'un garnissage Multiknit cloisonné.

Pour un tronçon de colonne compris entre les niveaux z_0 et z_1 où les concentrations sont respectivement x_0 , y_0 et x_1 , y_1 , si $(z_1 - z_0) = Z$ on obtient dans le cas de la distillation (47) (41) (40) :

pour la vapeur :

$$\int_{y_0}^{y_1} \frac{dx}{y - y^*} = \frac{Z}{(H.U.T.)_G} = (N.U.T.)_G$$

et pour le liquide :

$$\int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{x^* - x} = \frac{Z}{(H.U.T.)_L} = (N.U.T.)_L$$

où $(N.U.T.)$ = nombre global d'unité de transfert

et $(H.U.T.)$ = hauteur d'une unité de transfert

L'expression $\frac{1}{y - y^*}$ n'est généralement pas simple

et on doit procéder à une intégration graphique. Les plateaux théoriques sont alors d'un emploi plus commode que les unités de transfert; ce sont eux que nous utiliserons pour chiffrer l'efficacité des garnissages.

Tout ce que nous avons dit pour le transfert de matière est valable pour le transfert de chaleur, mais pour ce dernier une bonne conductibilité thermique du garnissage contribuera à uniformiser la température dans une même section droite, d'où l'intérêt de matériaux métalliques toutes les fois que les conditions chimiques permettent leur emploi.

III - ADAPTATION DE LA STRUCTURE DU GARNISSAGE AUX MECANISMES DE TRANSFERT

Nous nous plaçons dans le cas de la distillation qui est le plus général. Le garnissage doit favoriser le transfert de matière et de chaleur, tout en ^{ne} provoquant que de minimales pertes de charge. Ces dernières ont trois origines : les frictions inévitables au niveau de l'interface, les tourbillons, les chocs contre les obstacles matériels dépourvus de liquide.

Pour réduire cette dernière cause, il suffit de canaliser soigneusement gaz et liquide de manière à éliminer tout mouvement parasite pouvant provoquer une dégradation d'énergie. Il convient de favoriser la diffusion latérale dans chaque phase par des mouvements

de convection de faible amplitude n'introduisant pas un mélange axial. Nous constituerons pour cela des canaux de petites dimensions parcourus par le gaz pendant que le liquide s'écoulera le long de la paroi. Un système fonctionnant sur un principe semblable a été étudié et appliqué par KUHN (6). Il est constitué par un grand nombre de tubes verticaux indépendants. La principale difficulté réside dans la nécessité de créer pour chaque tube des conditions hydrodynamiques identiques : débits des liquides et de gaz constants. Supposons qu'un tube soit mal alimenté, son efficacité sera différente de celle des autres, d'où une perturbation du fonctionnement de l'ensemble de la colonne. Si l'on ajoute à cela la difficulté technologique de créer un reflux constant dans chaque tube, on comprend combien cet équilibre est précaire.

La figure I-3 montre le schéma du mécanisme de transfert dans la structure des garnissages MULTIKNIT. La vapeur circule dans des canaux identiques en régime turbulent (voir chapitre VI). Le film liquide entourant ces canaux est maintenu par la microstructure capillaire, sa surface est renouvelée continuellement en raison des mouvements de convection provoqués par de multiples obstacles, et par le phénomène d'ébullition déjà signalé. De plus, le film offre ses deux faces au contact avec la vapeur. La surface utile est donc maximum.

Par l'examen des phénomènes se produisant au niveau de l'interface gaz-liquide, nous avons été conduit à définir une structure fonctionnelle.

Il reste à en examiner la réalisation pratique, nous étudierons ensuite le comportement dynamique et l'efficacité de transfert du garnissage constitué à partir d'une telle structure.

CHAPITRE II

- DESCRIPTION
- ETUDE MECANIQUE
- CARACTERISTIQUES STATIQUES DES GARNISSAGES
MULTIKNIT

I - DESCRIPTION

Les garnissages que nous avons étudiés sont constitués par une double bande en tissu métallique, tricotée et gaufrée, enroulée sur elle-même en spirale. L'épaisseur du tissu étant faible devant le rayon terminal extérieur de la spirale, on obtient ainsi un cylindre compact et suffisamment élastique pour adhérer à la paroi intérieure de la colonne afin d'en occuper toute la section droite. Figure II-1-2. La superposition de tampons cylindriques ainsi constitués permet d'obtenir la hauteur de garnissage correspondant au nombre d'étages théoriques souhaités.

La garnissage initial, qui nous a été soumis, était constitué de cette manière ; cependant pour remédier à certains défauts et améliorer l'efficacité, nous avons introduit un cloisonnement vertical entre les bandes tricotées (56). Il peut être de nature variable suivant les besoins, mais nous n'avons étudié que les cloisonnements en feillard mince, ou en toile métallique tissée.

Les garnissages réalisés se décomposent en deux catégories, que nous appellerons :

LES GARNISSAGES MULTIKNIT SIMPLES

LES GARNISSAGES MULTIKNIT CLOISONNES

A) La bande gaufrée

La structure très aérée du garnissage ainsi obtenue lui est conférée par la bande gaufrée : Figure II-1 n°3.

Celle-ci est constituée par un tissu tricoté cylindrique (n°5) en fils multiples. Il est ensuite aplati, puis gaufré. Deux bandes sont alors adossées, de manière à ce que les chevrons dessinés par le gaufrage soient en opposition, puis enroulées autour d'elles-mêmes jusqu'à constituer le cylindre de diamètre voulu. On obtient ainsi le MULTIKNIT simple. En enroulant en même temps que les 2 bandes gaufrées un cloisonnement métallique souple, (Figure II-1 n°4), on obtient le MULTIKNIT cloisonné.

La bande gaufrée étant principalement responsable de la structure du garnissage, le plus grand soin doit être apporté à sa réalisation. Elle doit avoir des dimensions précises et des élasticités longitudinale et radiale constantes pour rendre reproductible l'enroulement des tampons, et permettre de définir une méthode de réalisation appropriée. La dernière couche de bande tricotée est cousue à la couche immédiatement inférieure suivant une génératrice du cylindre.

B) Le matériau de base : la mèche métallique à fils multiples

Un certain nombre de fils de diamètre 0,11 mm sont juxtaposés, sans torsion, pour constituer un fil multiple ou "mèche" qui est ensuite tricoté. La figure II-1 montre en 6, la mèche et l'ensemble des fils qui la constituent.

Diamètre moyen des fils : $d = 0,114 \text{ mm} \pm 0,0016$

Le nombre des fils, constituant la mèche, peut varier pratiquement de 8 à 12, mais nos essais portent exclusivement sur des mèches de 12 fils. Nous avons réalisé un garnissage avec 10 fils mais le tampon obtenu ne présente pas des caractéristiques mécaniques suffisantes (élasticité radiale trop faible).

Cet ensemble de fils cylindriques isole un certain nombre de conduits capillaires. Voir étude de la micro-structure (paragraphe E).

C) Métaux constructifs

Les garnissages standards sont en acier inoxydable 18/8 Mo, ou 18/8 à bas carbone, cependant ils peuvent être exécutés en nickel, et leur fabrication est possible en tous autres matériaux métalliques ou plastiques existant en fil de petit diamètre : (Monel, Téflon, etc...).

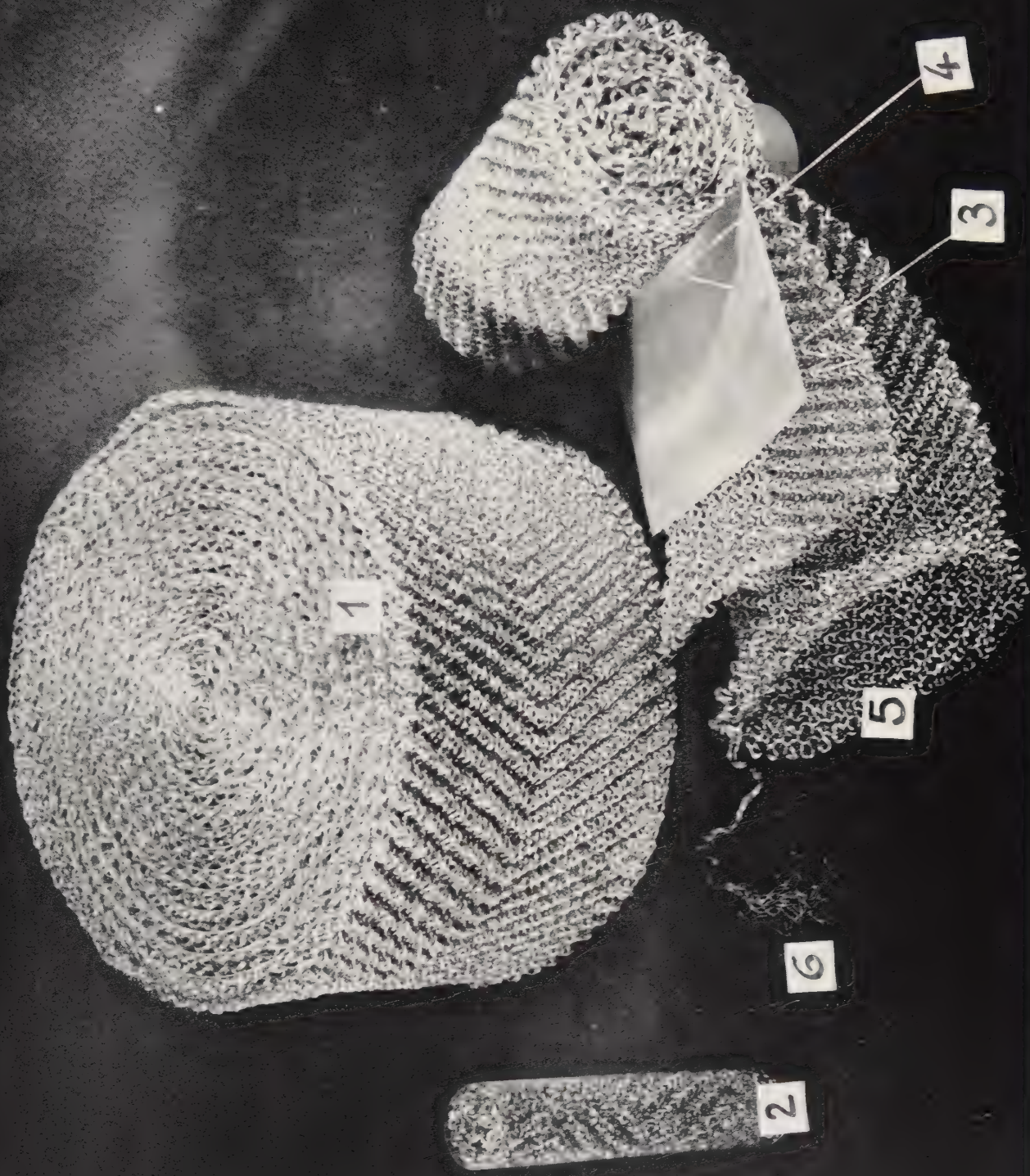


Fig. II - 1

Garnissages MULTIKNIT cloisonnés

Notre étude porte sur des garnissages en acier inoxydable 18/8 Mo. Le taux d'écrouissage du fil doit être aussi élevé que possible, afin d'augmenter sa résistance mécanique à la flexion, et d'améliorer ainsi les contraintes admissibles.

D) Etat de surface

Le fil se présente dans les tampons de garnissage tel qu'il sort de la machine à tricoter, aussi est-il recouvert d'un enduit gras qu'il convient d'éliminer soigneusement par un solvant énergique. (trichloréthylène par exemple). Sa surface semble lisse, mais un examen microscopique montre un certain nombre de meurtrissures dues aux efforts supportés lors du passage dans les machines à tricoter et gaufrer. Il est possible de modifier l'état de surface du fil par un traitement à l'acide sulfurique, par exemple, et nous observerons l'influence de cette modification de surface sur les caractéristiques hydrodynamiques du garnissage. (Chapitre VI et VII).

E) Etude de la texture du garnissage

Le garnissage se présente sous l'aspect d'un cylindre apparemment plein, aspect extérieur d'une structure géométriquement organisée. On peut distinguer deux structures : une macro-structure à l'échelle de la bande gaufrée avec ou sans bande de cloisonnement, et une micro-structure des fils tricotés ou tissés.

1°) Description de la macro-structure

Imaginons que la bande gaufrée et la bande de cloisonnement soient formées d'un tissu simple continu et étanche, on a une image de la macro-structure. Ces bandes isolent entre elles des canaux dont le profil est visible sur la figure II-1 en raison d'un éclairage rasant.

Calcul de la section de passage d'un canal

La connaissance de cette valeur permettra de calculer ultérieurement le nombre de Reynolds dans un canal, et de justifier certains phénomènes dynamiques.

Connaissant : n = nombre d'ondulations au mètre de la bande gaufrée,

p = poids métrique de la bande gaufrée

P = poids du tampon

N = nombre de canaux dans la section droite de la colonne

On peut écrire : $N = \frac{P}{p} \cdot 2n$.

Nous reportons le calcul relatif à un garnissage cloisonné type E. (Voir description dans le tableau II-7).

$$n = 106 \text{ ondulations/m}$$

$$p = 0,260 \text{ kg/m}$$

$$P = 2,500 \text{ kg}$$

on obtient $N = 2040$ canaux pour $S = 4,35 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$
soit $N = 47000$ canaux / m^2 de section droite.

Calcul de la section de passage et du diamètre hydraulique d'un canal

colonne $s' =$ section d'un canal, perpendiculaire à l'axe de la

$$s' = 16,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2$$

dans le canal. $s =$ section d'un canal normale à la vitesse réelle

de la colonne $\theta =$ angle d'inclinaison d'un canal par rapport à l'axe
 $= 30^\circ$

$$s = s' \cos \theta = 14,4 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2$$

$d =$ diamètre hydraulique du canal

$$d = 4,3 \text{ mm}$$

Le garnissage apparaît comme constitué par la juxtaposition d'un grand nombre de canaux identiques de section moyenne $14,4 \text{ mm}^2$. Ces canaux ne sont pas rectilignes, et rigoureusement étanches comme c'est le cas dans les colonnes système KUHN, ils sont enroulés sur des surfaces cylindriques pratiquement coaxiales selon des hélices à pas constant, alternativement à droite et à gauche. De plus, ces canaux peuvent communiquer entre eux au niveau d'une même double couche, tout en gardant une indépendance relative par rapport à ceux des doubles couches voisines dans un garnissage cloisonné.

Ces canaux doivent être identiques entre eux pour ne donner aucune préférence à l'écoulement de l'une ou de l'autre phase. Si cette condition n'est pas respectée, des écoulements préférentiels prendraient naissance, et les surfaces de niveau des concentrations, planes et horizontales à la sortie des distributeurs, seraient très vite déformées après la traversée d'une faible hauteur de garnissage.

L'obtention d'une macro-structure uniforme suscite des difficultés lors de la confection des tampons, problème que nous étudierons séparément.

La macro-structure est aussi responsable de l'élasticité radiale du tampon, de sa maintenance, et de son vieillissement.

C'est surtout le profil de l'ondulation qui est essentiel, et il sera étudié en liaison avec la maille au paragraphe suivant.

2°) Description de la micro - structure

C'est la structure fine de la bande gaufrée, et de la bande de cloisonnement.

La bande gaufrée est constituée par deux épaisseurs de tissu accolées avant le gaufrage. (Figure II-1 n°5). On peut y distinguer trois éléments constitutifs bien différenciés et ayant chacun un rôle particulier.

- Le fil
- La mèche
- La maille et le profil de l'ondulation

a) Le fil

Vu son faible diamètre, il est responsable de la surface développée.

Il est toujours cintré, donc toutes les sollicitations mécaniques du matériau se traduisent pour lui par des contraintes de flexion.

Un taux d'écrouissage élevé lui permettrait de résister dans les meilleures conditions aux diverses sollicitations, mais on est vite limité par des problèmes de fabrication.

b) La mèche

La mèche est constituée de douze fils juxtaposés sans torsion de manière à favoriser leur étalement. Les brins forment entre eux de véritables conduits de très faible section responsables du pouvoir capillaire du matériau. Le liquide par tension superficielle tend à venir se loger dans ces conduits où il s'écoule lentement et où une partie reste emprisonnée, constituant ainsi de multiples germes de mouillage facilitant l'écoulement sous forme de film .

C'est cette micro-structure qui recueille, du moins jusqu'au régime de charge, le liquide en rétention.

c) La maille et le profil de l'ondulation

Voir Figure II-2. Les mèches constituant le tissu tricoté sont imbriquées les unes dans les autres comme le montre le schéma n°1. Le réseau ainsi constitué peut être assimilé au réseau du schéma n°1, les barres cintrées ont été remplacées par des barres rectilignes, articulées autour d'axes parallèles entre eux, équidistants et alignés suivant AA_1 ou $A'A'_1$. On constate également que ces articulations entre les

mailles successives sont toutes rigoureusement identiques, mais les barres ne peuvent jouer que dans un seul demi plan perpendiculaire aux axes AA_1 . Chaque articulation est donc équivalente au modèle mécanique du schéma n°2, et constitue une sorte de "genouillère". Nous avons déjà vu que le tissu est obtenu par aplatissement d'un cylindre (Figure I-1 n°5). 2 couches de tricotage sont donc toujours accolées, mais les articulations propres à chaque couche sont alors accouplées en opposition, provoquant leur blocage relatif. Elles ne peuvent osciller librement qu'autour de leur position moyenne, schéma n°3, ce qui donne à la bande une souplesse suffisante pour lui permettre d'accepter sans déformation les courbures imposées par l'enroulement.

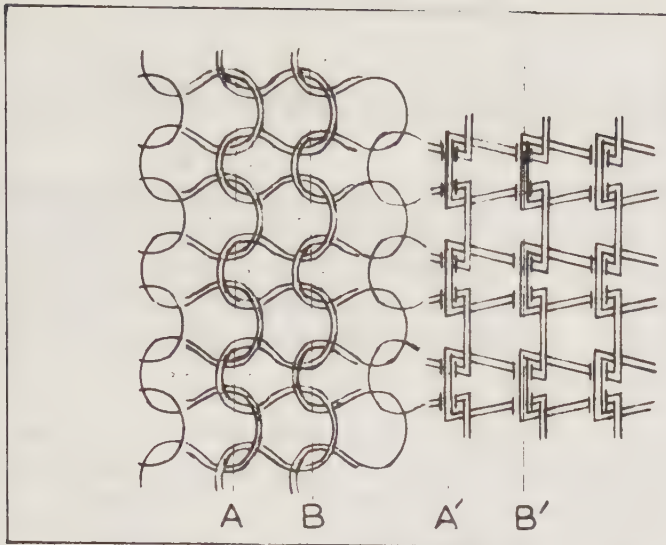
Il faut remarquer qu'en raison de la semi-liberté des articulations précédentes, il existe une relation entre la longueur développée d'une ondulation, et la distance entre deux axes d'articulation successifs, pour que la structure du "portique" chargé que constitue une ondulation soit mécaniquement stable.

Le profil initial des ondulations résultant du gaufrage, schéma n° 5a, très allongé, supportait mal les efforts de compression auxquels il était soumis, schéma n°4. Le nouveau profil n°5b beaucoup plus accusé est mieux adapté au problème.

F) La bande de cloisonnement

En premier lieu, le cloisonnement vertical de la structure se justifie par des questions d'écoulement des phases qui seront étudiées au chapitre VI. Il canalise les fluides pour favoriser leur contact en éliminant le déplacement radial de l'un d'eux. Cette particularité associée au caractère auto-distributeur (chapitre V) de la structure doit permettre à une distribution uniforme du liquide et de la vapeur de se maintenir à travers une grande hauteur.

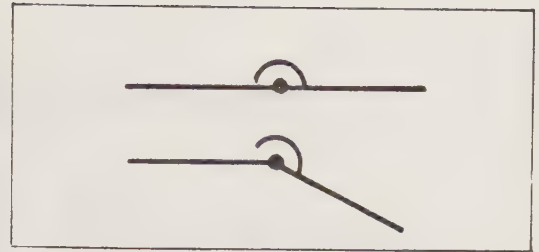
La bande de cloisonnement peut être constituée par un feillard fin, de largeur inférieure à celle de la bande tricotée, ou par une toile métallique tissée dont la maille sera assez petite pour que s'y établisse facilement un film liquide, voir (56). Il est destiné à assurer une étanchéité suffisante pour éviter tout écoulement latéral de la phase gazeuse, et à participer énergiquement au transfert de matière. Nous verrons que cela n'est possible que pour des régimes éloignés de l'engorgement (chapitre VI).



N° 1

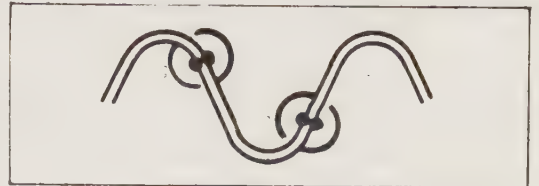
Mailles tricotées avec leurs axes fictifs d'articulation.

N° 1'



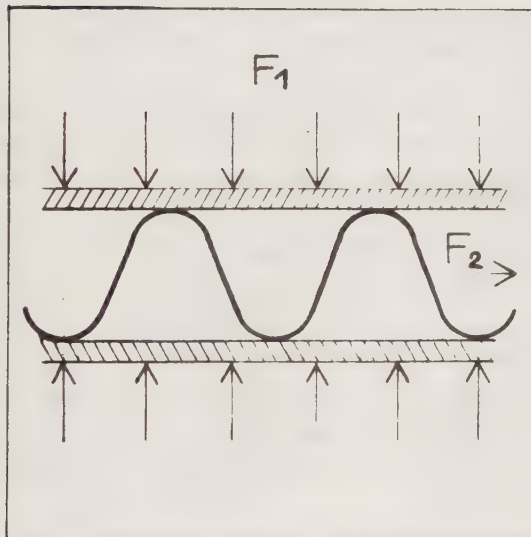
N° 2

Articulations de 2 mailles entre elles



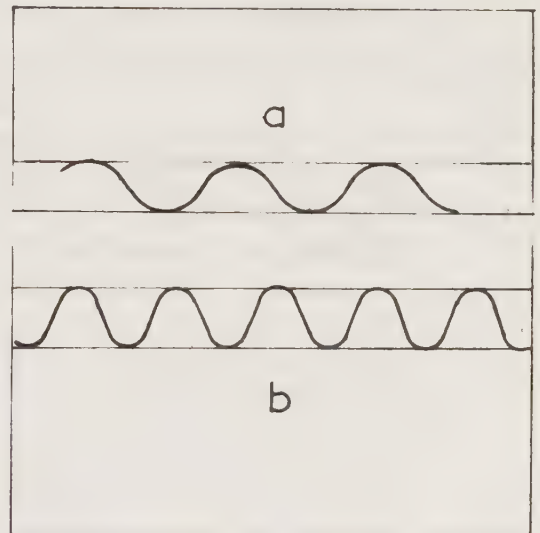
N° 3

Blocage de 2 articulations opposées.



N° 4

F_1 : sollicitations de compression
(efforts radiaux)
 F_2 : sollicitations de traction
(efforts tangentiels)



N° 5

a : profil initial des ondulations
b : nouveau profil " "

II - ETUDE MECANIQUE ET REALISATION DES GARNISSAGES

Nous avons vu que la macro-structure du garnissage devait être uniforme. Cette uniformité dépend des caractéristiques mécaniques de la bande gaufrée et du mode d'enroulement des tampons. Une étude de ces deux éléments s'est avérée indispensable pour l'obtention de garnissages de qualité constante, condition nécessaire à la reproductibilité des mesures ultérieures.

Ces conditions n'étaient pas remplies par les garnissages initiaux, aussi avons-nous fixé des tolérances de fabrication, et mis au point une méthode d'enroulement appropriée .

A) Caractéristiques de la bande gaufrée

Nous avons été amenés à mesurer les déformations de la bande gaufrée en fonction des efforts appliqués, pour déterminer les contraintes de traction et compression admissibles : σ_t et σ_r en liaison avec le calcul théorique . Pour cela nous avons procédé à des essais de traction et de compression , en utilisant deux montages construits à cet effet et schématisés sur les figures II-3 et II-4.

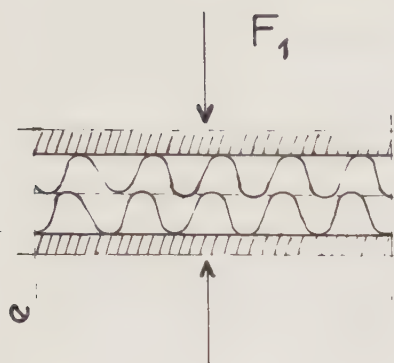
Nous donnons les résultats de ces essais pour montrer l'influence du gaufrage sur les contraintes admissibles. La figure II-3 est relative à l'essai de compression d'une double couche de bande gaufrée entre deux plaques planes de 15 cm x 15 cm. L'épaisseur apparente (e) est portée en fonction de la charge appliquée normalement aux plaques : F_1 . On observe que l'épaisseur du nouveau matériau varie beaucoup moins que celle de l'ancien matériau en raison du nouveau profil de gaufrage. Cela conduit à des canaux de la macro-structure beaucoup plus constants, donc mieux adaptés à l'écoulement des gaz en présence de liquide. La figure II-4 traduit les efforts de traction d'une bande gaufrée de longueur initiale 100 mm, en fonction de l'allongement

A % ΔL = variation de longueur
Lo = longueur initiale

$$A \% = \frac{\Delta L}{L_o}$$

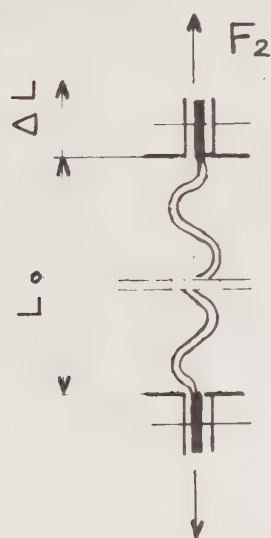
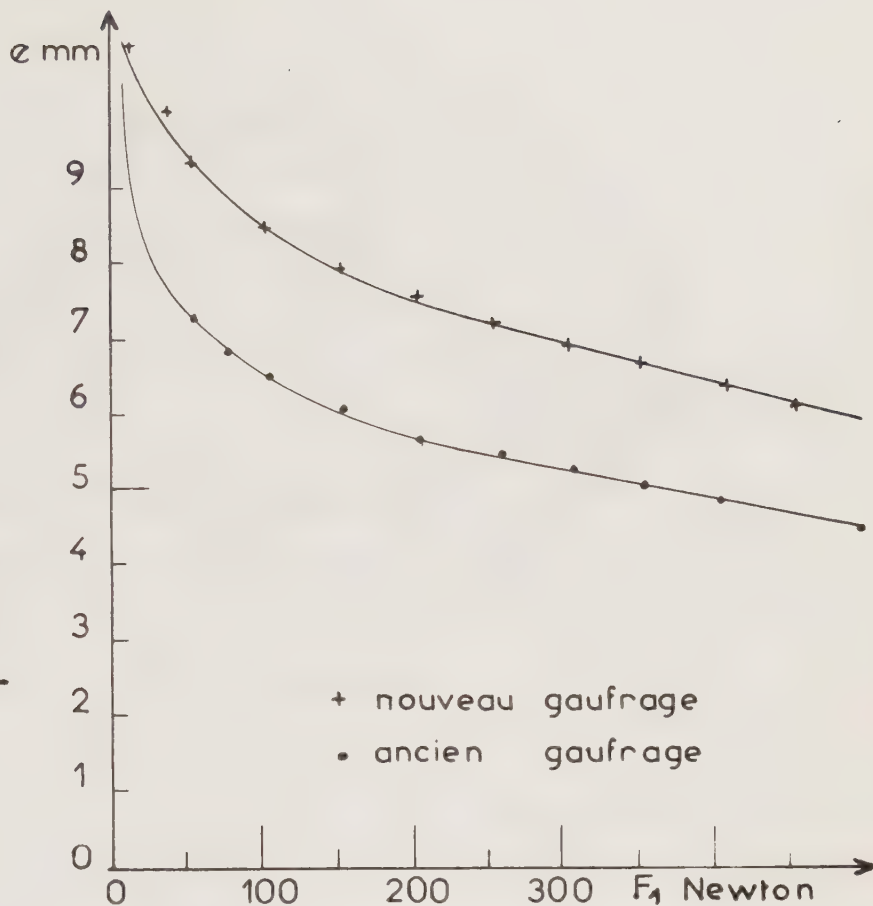
La courbe de déformation de l'ancien gaufrage fait apparaître trois zones :

- 1) zone de mise en tension des mailles
segment OA, figure II-4
- 2) zone de déformation élastique
segment AB, figure II-4



essai de
compression .

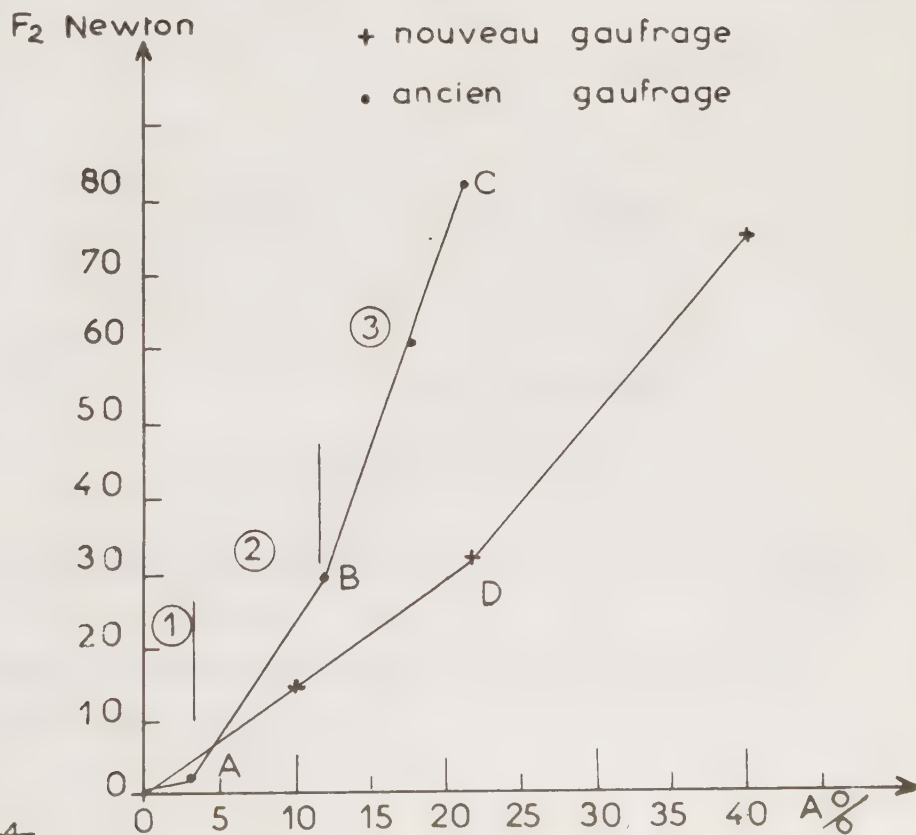
Fig. II -3-



$$A = \frac{\Delta L}{L_0}$$

essai de
traction.

Fig. II -4-



3) zone de déformation plastique
segment BC, figure II-4

La courbe de déformation du nouveau matériau indique une zone d'élasticité beaucoup plus étendue (segment OD Fig. II-4), sans que la charge correspondant à cette limite élastique soit réduite. Effort de traction admissible = 28 Newton/bande de 14,4 cm de largeur. Cette indication sera utile pour l'enroulement des tampons.

B) Calcul théorique des contraintes dans un tampon

Nous cherchons à déterminer le champ de contraintes qui doit exister dans les diverses couches d'un tampon pour garantir son uniformité.

Hypothèse de départ :

- a/- bande tricotée gaufrée sans raideur
(cette hypothèse a été justifiée)
- b/- contraintes de traction et compression inférieures à la limite élastique qui est connue
- c/- très grand coefficient de frottement entre la bande gaufrée et la toile métallique de cloisonnement
- d/- l'enroulement d'une couche supplémentaire est supposé ne pas affecter les couches inférieures et ne produire aucun effet de frettage.

Dans ces conditions, on peut admettre que lorsqu'une nouvelle couche est obtenue sur le mandrin cylindrique constitué par la partie du tampon déjà enroulée, la tension appliquée à la double bande tricotée est bloquée par le frottement qui existe entre les couches successives. En première approximation, on peut donc considérer le tampon comme constitué d'un ensemble de cylindres coaxiaux délimitant des couches d'épaisseur constante soumises à des contraintes que nous allons étudier.

Isolons une telle couche et écrivons ses équations d'équilibre - voir figure II-5

Si e = épaisseur de la couche

h = hauteur du tampon

σ_r = contraintes radiales

σ_t = contraintes tangentielles

T = effort de tension appliqué à la double bande

ρ = rayon de courbure de la couche considérée

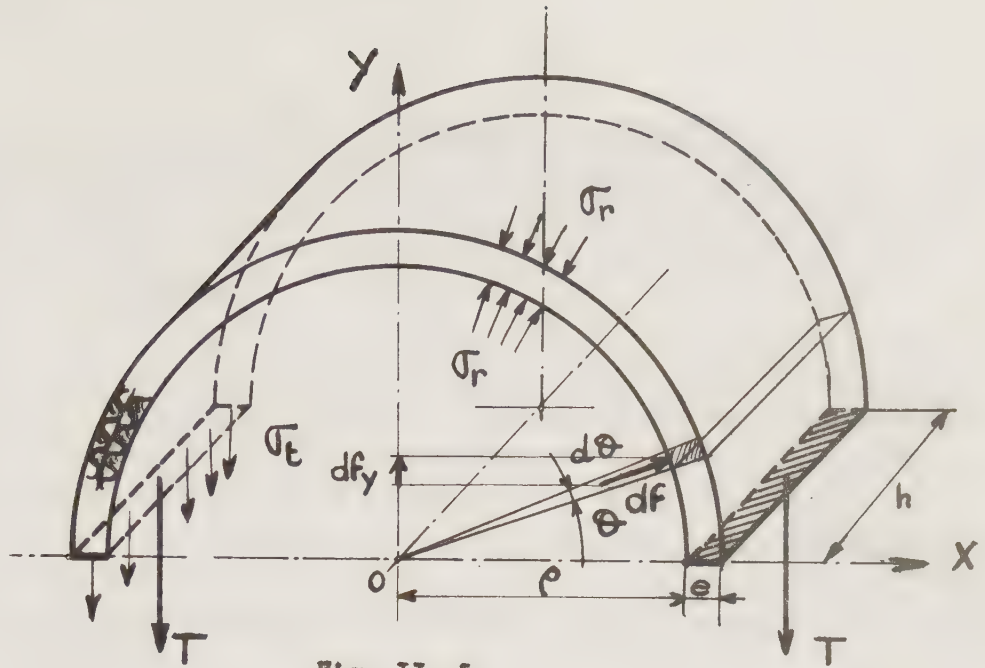
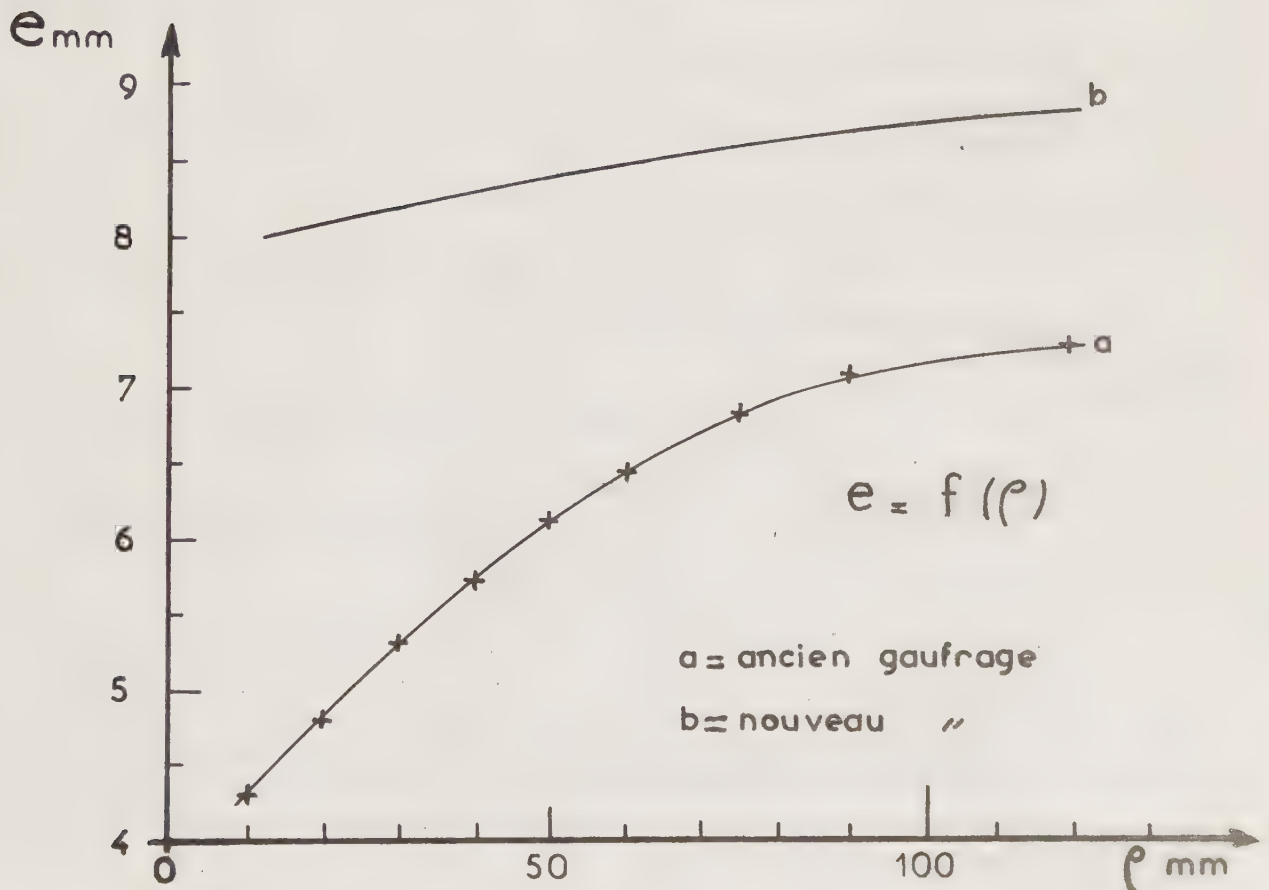


Fig. II -5-



Variation de l'épaisseur de la double couche en fonction de la distance au centre.

Fig. II -6-

On peut écrire que la résultante des forces radiales élémentaires :
 $df = \sigma_r ds$ est égale aux tensions T appliquées aux extrémités de la bande

$$2 T = \int_0^\pi \sigma_r \rho h \sin \theta . d \theta$$

$$T = \sigma_r \rho h$$

or $T = \sigma_t h e$

donc $\sigma_t = \frac{\sigma_r}{e} \rho$

$e = Cte$ pour un enroulement uniforme.

Dans la zone d'élasticité, l'essai de compression permet de calculer

$$\sigma_r = A e \quad A \text{ étant une constante}$$

donc $\sigma_t = A \rho$

d'où $T = h . e . A \rho = K \rho$

La tension appliquée à la bande gaufree doit être proportionnelle au rayon de courbure.

C) Application à la confection des tampons

Les couches successives sont enroulées en spirale, donc ρ augmente régulièrement. Pour satisfaire à la condition $T = K \rho$ il suffit d'imaginer un dispositif capable d'imposer à la bande une tension proportionnelle au rayon.

Le problème est résolu de la manière suivante : la double bande est posée sur une table plane. La tension lui est appliquée à une extrémité mobile par une charge donnée. L'autre extrémité de la bande est fixe. Les forces de frottement entre la table et la bande imposent à celle-ci un gradient de tension. Il suffit alors de procéder à l'enroulement à partir de l'extrémité fixe sans perturber le champ de contraintes ainsi réalisé.

D) Contrôle de l'uniformité du tampon

La bande de cloisonnement qui affleure une des faces du tampon permet la mesure de l'épaisseur des couches successives avec une précision suffisante (cette mesure est impossible sur un tampon non cloisonné).

Sur 4 rayons perpendiculaires on mesure les distances de chaque couche au centre du tampon. On calcule les épaisseurs des couches, puis la moyenne des 4 valeurs relatives à une même couche, on obtient alors le diagramme traduisant l'évolution de l'épaisseur des couches en fonction de la distance au centre. Fig. II-6.

On remarque que cette épaisseur n'est pas rigoureusement constante et évolue depuis le centre jusqu'à la périphérie. Cependant le nouveau gaufrage permet la confection de tampons plus homogènes que l'ancien.

Remarques

1 - La zone centrale est la partie dont la réalisation est la plus délicate. Une différence de structure en ce point peut perturber de façon très sensible les écoulements dans le garnissage.

Nous avons observé qu'une trop grande densité de matière vers le centre attire le liquide et inversement une densité trop faible favorise l'écoulement du gaz pour les faibles vitesses.

2 - Dans la zone centrale le rayon de courbure est très petit, l'épaisseur apparente de la double couche se trouve réduite, car la couche extérieure est soumise à une tension plus importante que la couche interne.

3 - Il en résulte que la densité de matière évolue avec le diamètre du garnissage.

La masse volumique moyenne d'un tampon de petit diamètre sera donc légèrement supérieure à celle d'un tampon de grand diamètre.

4 - Cela ne constitue nullement un défaut, les essais aérodynamiques (chapitre III) montrent que la masse volumique légèrement plus grande dans la zone centrale favorise l'uniformité du champ des vitesses à la sortie du garnissage.

III - CARACTERISTIQUES PHYSIQUES STATIQUES DES GARNISSAGES

A) Définitions

$$m = \text{masse volumique moyenne} = \frac{\text{masse du garnissage}}{\text{volume garni}} \quad \text{en kg/m}^3$$

$$\varepsilon = \text{porosité ou degré de vide} = \frac{\text{volume libre} \times 100}{\text{volume garni}} \quad \text{en } \%$$

$$s = \text{surface volumique} = \frac{\text{surface développée}}{\text{volume garni}} \quad \text{en m}^2/\text{m}^3$$

S_u = surface volumique utile = surface participant aux échanges divers entre phases liquide et gazeuse

$$\frac{S}{\varepsilon^3} = \text{facteur de garnissage}$$

$$\varepsilon' = \text{porosité de section droite} = \frac{\text{section droite de passage des gaz} \times 100}{\text{section droite de la colonne}} \quad \text{en } \%$$

B) Calcul des caractéristiques statiques

1°) Surface volumique des garnissages

La surface volumique souvent confondue avec la surface d'échange est une caractéristique importante que nous allons calculer.

a) Mesure du diamètre du fil

Comme il varie sensiblement d'un point à un autre, nous avons procédé à 100 mesures, aussi bien en divers endroits d'un même fil que sur divers fils. Ces mesures ont été réalisées à 1/1000 mm près.

b) Calcul de la surface volumique du tissu

tricoté S_1

Si P = poids total de bande tricotée contenu dans le tampon

V = volume garni en m^3

p = poids métrique du fil en kg/m

D = diamètre de la colonne en m

Z = hauteur garnie en m

d = diamètre du fil en m
 S_1 = surface volumique en m^2/m^3 de la bande tricotée,

il vient :

$$S_1 = 4 \frac{d P}{p. D^2 Z}$$

Erreur relative: pour le garnissage MULTIKNIT type E, on obtient tout calcul fait :

$$\frac{\Delta S_1}{S_1} = 5 \%$$

c) Calcul de la surface volumique de la bande de cloisonnement

L = longueur de bande

l = largeur

$$s_2 = \frac{8 l L}{D^2}$$

$$\frac{\Delta S_2}{S_2} = 4,3 \%$$

d) Surface totale

$$S = S_1 + S_2$$

e) Calcul de S pour le MULTIKNIT cloisonné
type E

$$D = 0,235 \text{ m}$$

$$Z = 14,4 \cdot 10^{-2} \text{ m}$$

$$S_1 = 1720 \text{ m}^2/\text{m}^3$$

$$S_2 = 230 \text{ m}^2/\text{m}^3$$

$$S = 1950 \text{ m}^2/\text{m}^3 + 100 \text{ m}^2/\text{m}^3$$

2°) Calcul de la porosité

v = volume de métal dans le garnissage

V = volume garni

On a :
$$\varepsilon = \frac{V - v}{V} \times 100$$

Exemple : calcul pour le MULTIKNIT type E

masse volumique de l'acier inoxydable : 7800 kg/m^3

masse volumique moyenne du garnissage : 490 kg/m^3

$$\varepsilon \neq 94 \%$$

3°) Calcul du facteur de garnissage

Le facteur $\frac{S}{\varepsilon^3}$ a été introduit par SHERWOOD et collaborateurs (10) (40), et intervient dans l'étude des régimes hydrodynamiques.

Pour le garnissage type E :

$$\frac{S}{\varepsilon^3} = 2.340$$

4°) Surface volumique d'échange : S_u

C'est la surface qui est susceptible de participer à l'échange entre phase liquide et phase gazeuse. Cette surface est toujours inférieure à la surface développée et dépend à la fois de la qualité de la distribution du liquide et de l'aptitude du garnissage à conserver cette distribution. Le calcul ne peut donner qu'une valeur approximative de cette surface. L'observation montre que la mèche est plus souvent aplatie, et disposée en 2 nappes de 6 brins juxtaposés (Voir figure V-4).

Nous admettons que seule la surface périphérique de la mèche intervient :

s_1 = surface de la bande tricotée gaufrée

d = diamètre d'un brin

k = coefficient de proportionnalité représentant la longueur de mèche contenue dans le volume garni.

S_{ul} = surface d'échange

$$S_1 = 12 \pi d k$$

$$S_{ul} = (6 + 1) d k$$

$$\text{d'où } \underline{S_{ul} \approx 0,6 S_1}$$

5°) Facteur d'encombrement de section $\mathcal{E}'$

La connaissance de cette valeur permet de calculer facilement la vitesse réelle des gaz dans les canaux (U_r), à partir de la vitesse moyenne colonne fût vide: (U).

S = section droite de la colonne

S' = section occupée par le garnissage

$$\text{On a : } \mathcal{E}' = \frac{S - S'}{S} \times 100$$

Exemple : Calcul de $\mathcal{E}'$ pour le garnissage type E

$$S'_1 \text{ (bande gaufrée)} = 0,732 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

$$S'_2 \text{ (cloisonnement)} = 0,234 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

$$S' = 0,966 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

$$\mathcal{E}' = \frac{4,35 - 0,966}{4,35} \times 100$$

$$\mathcal{E}' = 78 \%$$

C) Description et caractéristiques physiques des garnissages étudiés

On se reportera au tableau récapitulatif II-7.

Un symbole (lettre majuscule) désigne le garnissage dont la description sommaire est donnée en correspondance. On y trouve les valeurs des principales caractéristiques statiques définies précédemment, et un inventaire des mesures reportées dans le présent travail.

D) Comparaison avec d'autres types de garnissages

Si la littérature foisonne de renseignements concernant les garnissages constitués par des solides géométriques rangés, ou en vrac, on trouve peu de données sur les garnissages tels que les Stedman, Spraypack, Dixon - Borad

DESCRIPTION SONMAIRE DU GARNISSAGE	SYMBOLE	Caractéristiques statiques						Masse Kg			Etude réalisée			
		$\bar{m}$	S	S_u (1)	ϵ	$\frac{S}{\bar{m}^3}$	ϵ'	Bande gaufrée	Cloisonnement	Total	Aérodynamique	Air - eau	Distillation Montages Fig. VII -4-	
		$\frac{Kg}{m^3}$	$\frac{m^2}{m^3}$	$\frac{m^2}{m^3}$	$\frac{o}{o}$	$\frac{m^2}{m^3}$	$\frac{o}{o}$							
MULTIKNIT SIMPLE Ancien Gaufrage (Garnissage initial)	A_1	370	1620	920	953	1860	84	2,370		2,370	X	(2) X	(3) X	
	A_2	370	1620	920	953	1860	84	2,370		2,370	X	X	X	I II III
Anneaux RASCHIG Céramique en vrac. ϕ 25 mm	C	670	206		71	570						X		
MULTIKNIT cloisonné gaufrage initial feuillard aluminium	D						80	2,680	0,300	2,980	X	(2) X		
MULTIKNIT Cloisonné Nouveau gaufrage Cloisonnement en toile métallique n° 20	Π	490	1950	1260	94	2340	78	2,500	0,630	3,130	X	X	X	I I' II III
MULTIKNIT simple nouveau gaufrage.	Π	400	1750	1050	95	2030	82	2,570		2,570	X	X		

(1) Valeurs très approximatives - (2) colonne air eau provisoire -

(3) Avec plateaux distributeurs initiaux

Descriptions et caractéristiques statiques des garnissages étudiés.

Tableau II -7-

NOM DU GARNISSAGE	dimen- sion mm	m	s		$\frac{s}{\epsilon^3}$	REFERENCES
		kg/m ³	m ² /m ³	%		
Anneaux RASCHIG	9,5	1.287	491	53	500	BOURRON (44) " " " " " "
Céramiques	15,9	1.067	266	54	280	
	25,4	891	193	68	150	
	50,8	475	96	83	46	
Anneaux porcelaine	25		198	74		BUGAREL (1)
Anneaux grès	15		328	68		" "
Anneaux métalliques e = 1 mm	25		377	87		GIVAUDAN (41)
Anneaux Pyrex	10		1360	68		LESPINASSE (2)
Anneaux PALL	50		120	74		GIVAUDAN (41)
Selles de BERL	15		410	61		GIVAUDAN (41)
	25		240	63		" "
	25		178	71		BUGAREL (1)
Selles de DISTILLOX	37,5		138	80	269,5	" "
BORAD	1,6			90 à		RANDALL (38)
STEDMAN	à 6,3 150			93 96,2		WHITE-OTH- MER (67)
MULTIKNIT simple:F		400	1750	95	2030	Présente étude
MULTIKNIT cloisonné:E		490	1940	94	2340	Présente étude

Comparaison des caractéristiques statiques de divers garnissages.

TABLEAU II-8

De l'examen de ces divers matériaux, il ressort que :

- 1 - La surface volumique des MULTIKNIT simples et cloisonnés est nettement supérieure à celle de tous les autres garnissages utilisables industriellement.
 - 2 - La porosité des MULTIKNIT n'a d'équivalent que celle des Stedman ou des Spraypack qui ont par ailleurs de faibles surfaces volumiques.
 - 3 - Il est difficile de chiffrer ϵ' pour les garnissages constitués de solides géométriques en vrac, mais il est probable que le MULTIKNIT conduit à la plus grande valeur pratique, excepté peut-être certains garnissages à ruissellement tels que les "Rieselkolonen" (63).
-

CHAPITRE III

ETUDE AERODYNAMIQUE DES GARNISSAGES MULTIKNIT

I - GENERALITES

Devant l'insuffisance des premiers résultats obtenus en colonne à distiller avec les garnissages initialement proposés, nous avons cherché par d'autres voies à mettre en évidence les causes profondes des cheminements préférentiels observés dans la colonne. (Voir chapitre VII - VIII A-8).

Nous avons pensé en premier lieu déceler un éventuel défaut de structure provoquant l'écoulement préférentiel de la vapeur dans une zone donnée, de masse volumique trop faible, par l'étude de la répartition des vitesses d'air dans une section droite du garnissage. Par la suite, nous avons exploité cette méthode pour mesurer la perte de charge aux grandes vitesses de gaz.

II - DISPOSITIF EXPERIMENTAL ET METHODE DE MESURE.

1°) Description sommaire de l'ensemble

Nous avons réalisé un montage s'adaptant sur la conduite de sortie d'un ventilateur centrifuge.

L'installation est pourvue de tous les appareils de mesure de débit (Venturi), pressions statiques, vitesse (tubes de Pitot). Le ventilateur est entraîné par un groupe à vitesse variable (Ward-Léonard) permettant d'atteindre dans l'obstacle constitué par le garnissage une vitesse de 10 m/s.

2°) Description du montage : figure III -1

Le garnissage est disposé normalement dans un tronçon de la colonne à distiller, raccordé à la conduite de sortie de la

soufflerie par un divergent. La tuyauterie d'évacuation de même diamètre que la colonne est aménagée pour recevoir un tube de Pitot mobile, ou un anémomètre à fil chaud, afin d'explorer le champ des vitesses dans la section aval. Nous pouvons disposer de 1 à 5 tampons dans l'élément de colonne.

3°) Méthode de mesure

On mesure la pression statique en amont du garnissage qui est égale à la perte de charge du tronçon garni, car on peut négliger l'effet de sortie.

4°) Garnissages étudiés

- Garnissages initiaux : A
- Garnissages initiaux cloisonnés par feuillard aluminium : D
- Garnissages MULTIKNIT simples, nouveau gaufrage : E
- Garnissages MULTIKNIT cloisonnés : E

III - RESULTATS OBTENUS

1°) Perte de charge en fonction de U et du type de garnissage

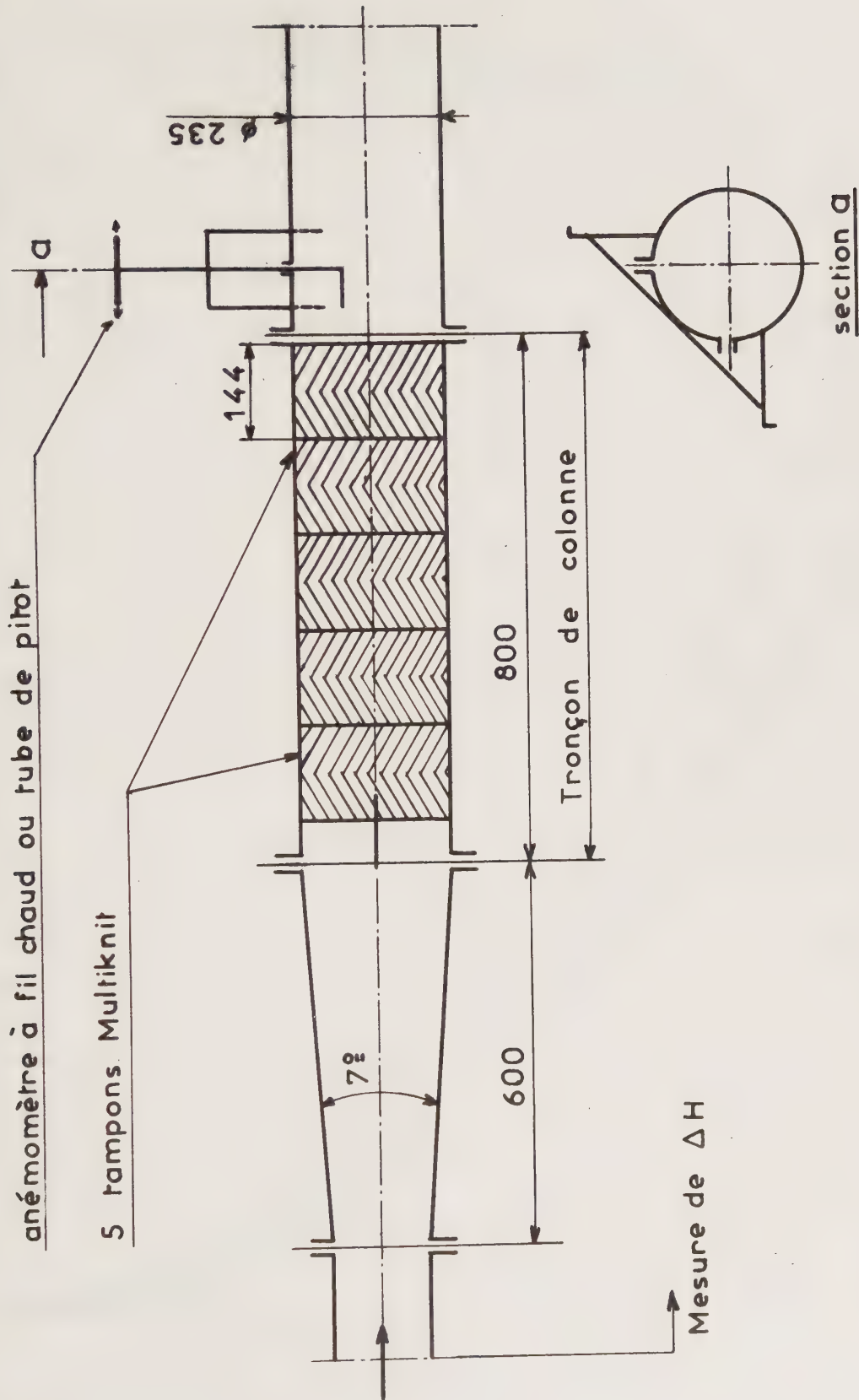
Nous avons mesuré la perte de charge des garnissages secs. (Voir figure III-2). 5 tampons sont disposés dans le tronçon de la colonne. Les courbes $\Delta H/Z = f(U)$ sont situées de bas en haut suivant l'ordre décroissant de la porosité de section $\mathcal{E}'$.

Le plateau distributeur n°1, disposé en amont du garnissage E, augmente nettement la perte de charge pour $U > 3 \text{ m/s}$.

2°) Perte de charge en fonction de U et de la hauteur de garnissage

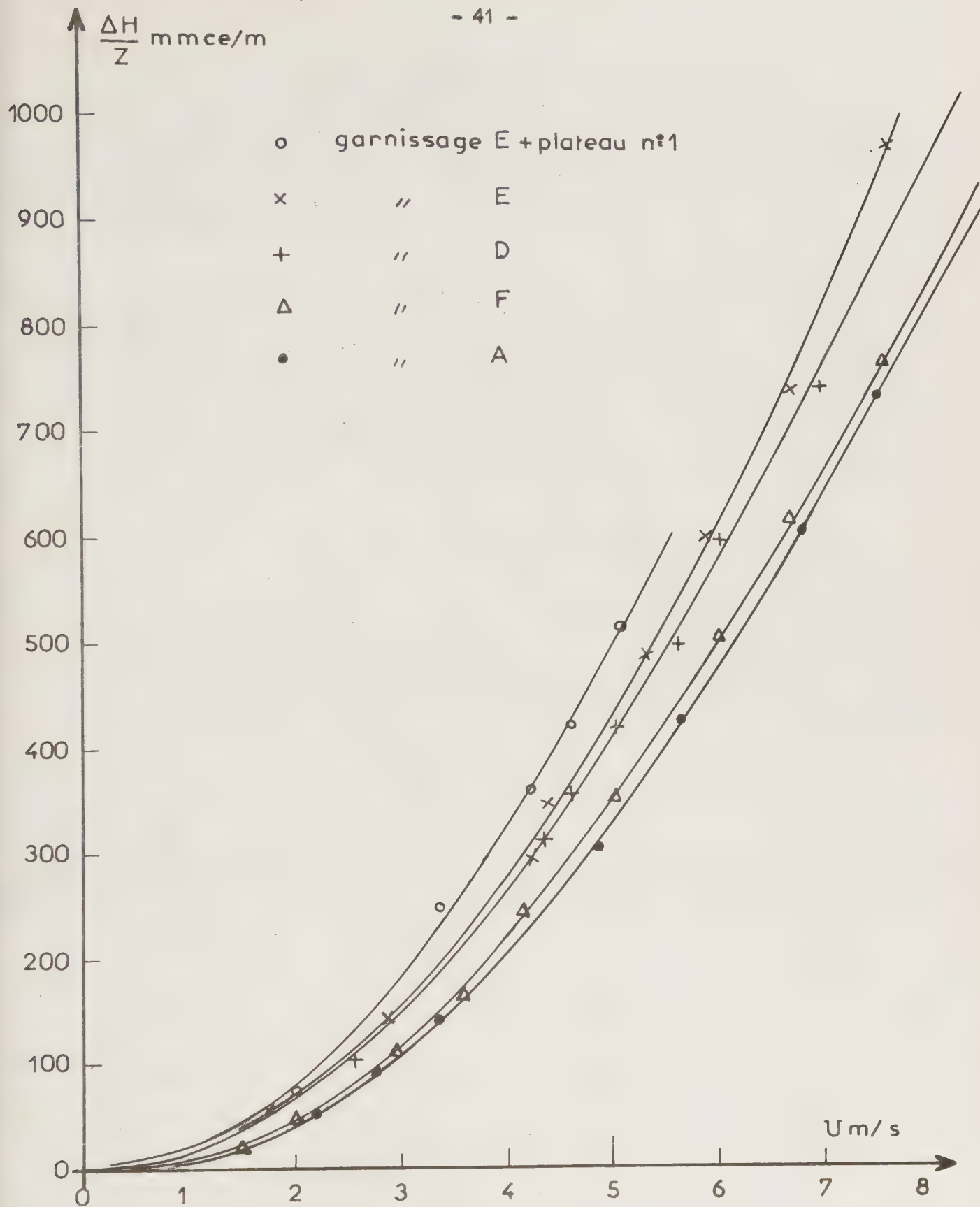
On trace le réseau des courbes $\Delta H = f(U)$ à $Z = \text{Cte}$. Figure III-3. Les mesures sont réalisées pour 1-2-3-4 et 5 tampons. On peut tracer alors le réseau de courbes $\Delta H = f(Z)$ à $U = \text{Cte}$. Figure III-4.

Ces courbes montrent qu'il n'y a pas exactement proportionnalité entre la perte de charge et la hauteur garnie pour $U > 4 \text{ m/s}$. Dans le domaine des vitesses qui nous intéresse : $U < 3 \text{ m/s}$, la variation de ΔH avec Z est linéaire.



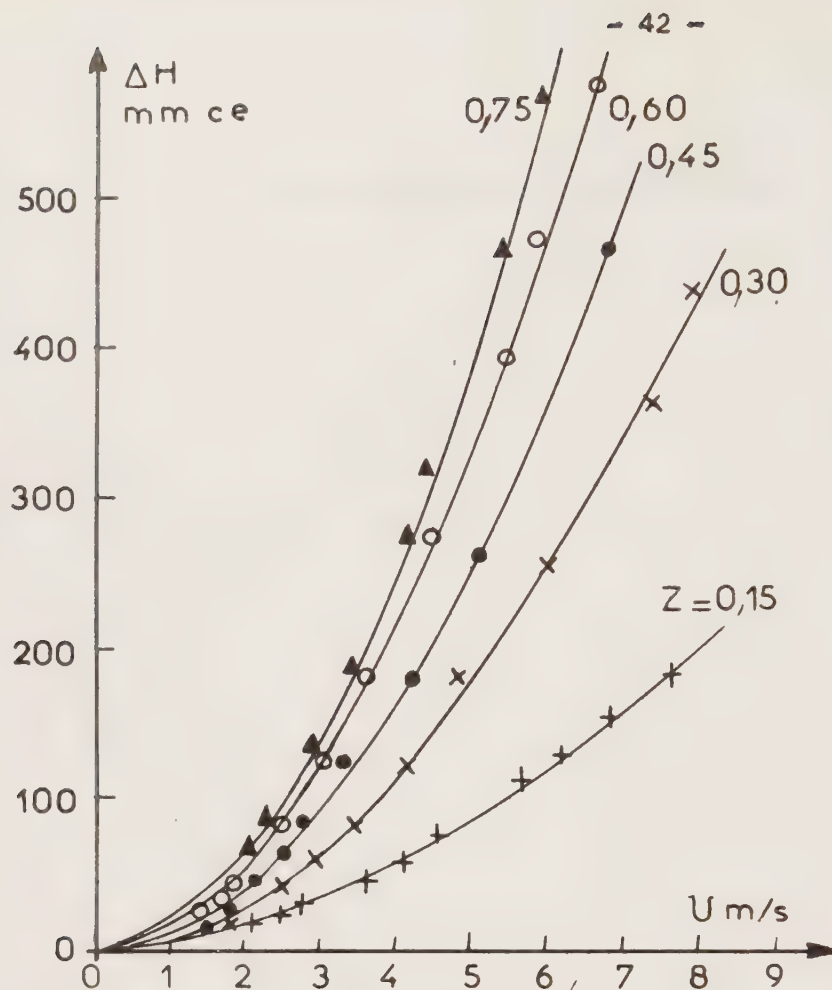
Disposition des tampons pour les essais en soufflerie.

Figure III-1



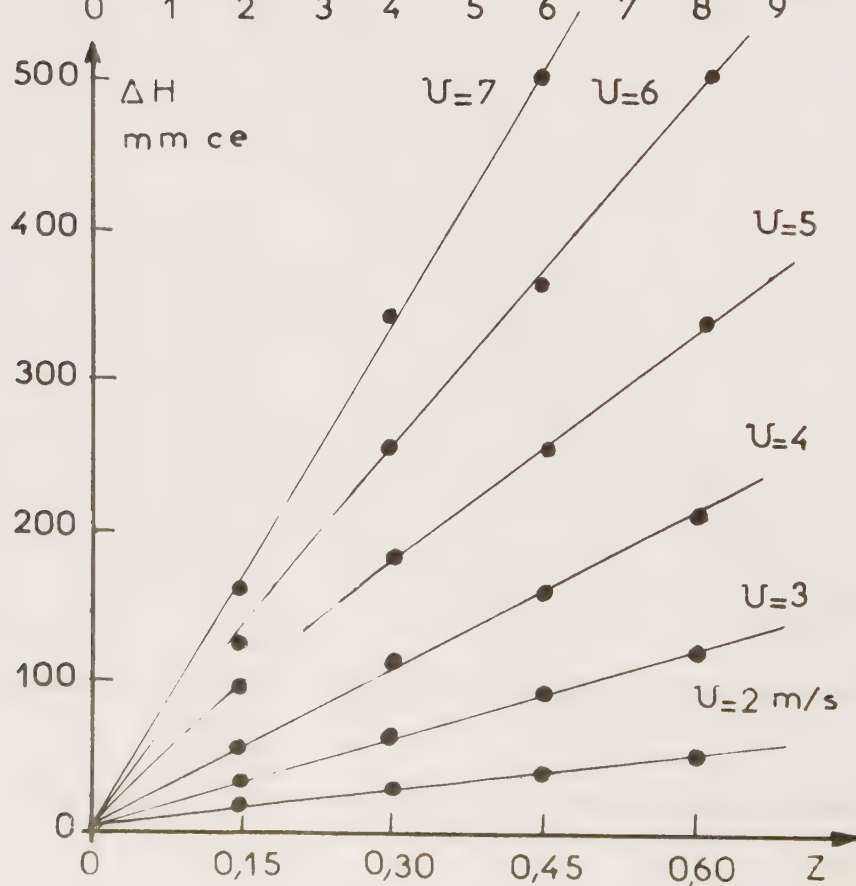
Perte de charge des divers garnissages étudiés à sec.

Fig. III -2-



Perte de charge à
Z constant en fonction
de la vitesse.

Fig. III -3-



Perte de charge à
vitesse constante en
fonction de la hauteur
garnie.

Fig. III -4-

3°) Mesure de la répartition des vitesses

Les mesures que nous reportons ont été réalisées à l'aide d'un anémomètre à thermistance situé dans la section droite de la colonne, 2 cm en aval du garnissage. La précision peut être évaluée à 5 % au delà de 1 m/s, mais nous nous intéresserons aux seules variations relatives de la vitesse dans la section.

Nous avons exploré en 11 points, 4 diamètres angulairement équidistants. Le débit d'air étant considéré constant pendant la manipulation, on procède à 3 mesures successives de vitesse en chaque point prévu et on calcule la moyenne. Les résultats sont reportés sur des diagrammes circulaires Figure III-5. De part ou d'autre des diamètres explorés, on porte en m/s les vitesses au point considéré. La courbe ainsi obtenue représente le profil des vitesses sur un même diamètre. L'ensemble de ces courbes donne une idée de la topographie de la surface définie par le sommet des vecteurs vitesse dans la section droite.

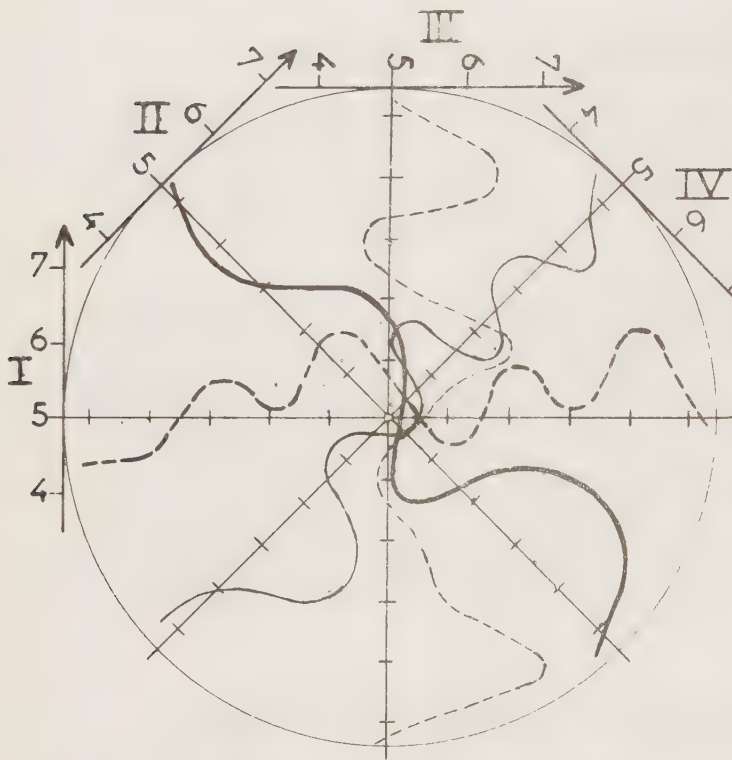
4°) Représentativité des mesures de répartition

On peut admettre que la vitesse moyenne dans un tube de courant à la sortie du garnissage (vitesse mesurée à l'anémomètre) est liée à la valeur de la masse volumique ou porosité du garnissage situé dans l'élément de volume garni, délimité par le prolongement de ce tube. Les différences de vitesse entre un point et un autre d'une même section sont d'autant plus marquées que la vitesse moyenne est plus grande, d'où l'intérêt de soumettre le modèle à une vitesse élevée.

Nos essais ont été réalisés à 2 m/s, mais nous reportons uniquement sur les figures III-5-6-7-8, les résultats obtenus à 5 m/s.

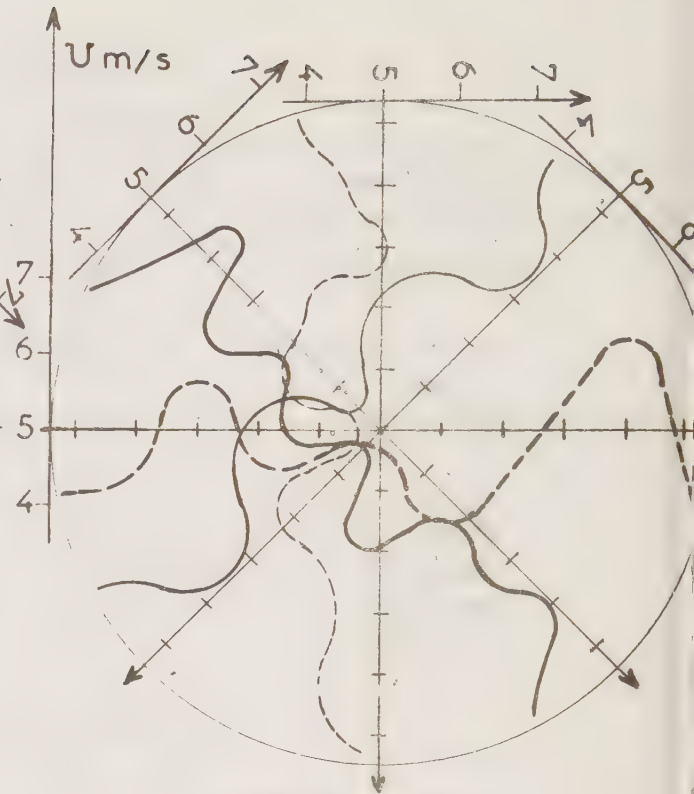
Figure	Garnissage	Observations principales
III-5	A	Perte de charge faible, mais irrégularités importantes des profils de vitesse
III-6	D	Irrégularités un peu atténuées, cependant vitesses plus faibles dans la zone centrale, en raison d'un tassement local visible à l'espace-ment des couches.
III-7	F	Irrégularités légèrement atténuées
III-8	E	Faibles fluctuations des vitesses dans toute la section droite.

Le cloisonnement, associé à une bande gaufrée de bonne qualité contribue donc à l'uniformité de la structure. Ces essais à sec, à grande vitesse peuvent être intéressants pour l'application ultérieure des garnissages à certaines opérations dans des réactions en phase gazeuse en présence de catalyseur par exemple.



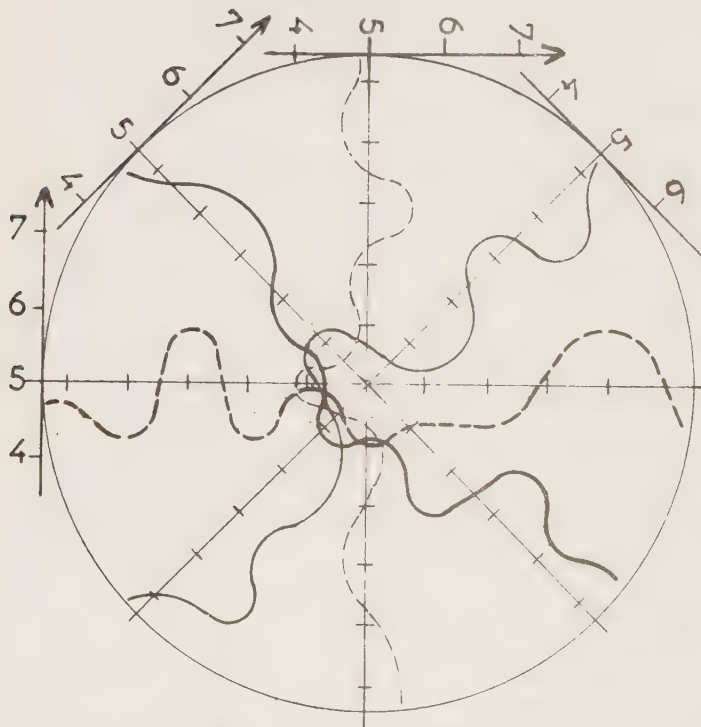
Garnissage A

Fig. III -5-



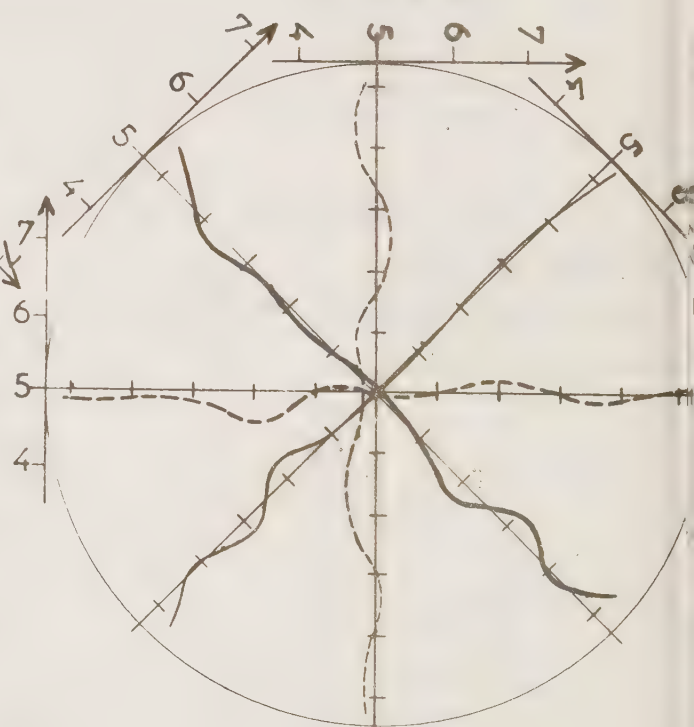
Garnissage D

Fig. III -6-



Garnissage F

Fig. III -7-



Garnissage E

Fig. III -8-

Courbes de répartition des vitesses dans la section aval d'un garnissage,
 $U = 5 \text{ m/s}$

CHAPITRE IV

ETUDE DE LA DISTRIBUTION ET DE LA REDISTRIBUTION DES PHASES DANS UNE COLONNE GARNIE

I - NECESSITE D'UNE DISTRIBUTION UNIFORME

La nécessité d'assurer pour tous les garnissages une distribution uniforme de la phase liquide est reconnue depuis très longtemps, cependant, cette condition n'est pas toujours respectée. Plusieurs systèmes distributeurs ont été utilisés : le jet central dispersé par rebondissement, la pomme d'arrosoir, les plateaux statiques, les systèmes dynamiques. Quelques études ont été consacrées aux distributeurs pour colonnes garnies d'anneaux Raschig : KIRSCHBAUM a montré la tendance de ces garnissages à déplacer l'écoulement du liquide vers la paroi de la colonne, et a pris dès 1937 un brevet pour un système redistributeur destiné à renvoyer ce liquide vers le centre. Il a également proposé un plateau distributeur suspendu (16) et (45) p. 370, laissant passer la vapeur par la zone périphérique et par des cheminées, tandis que le liquide est distribué par débordement au-dessus de tubes de petit diamètre.

ELLIS et GOODWIN (35), dans une colonne de diamètre 150 mm, CONN et WOLF (17) dans une colonne de diamètre 300 mm utilisent des plateaux du même type.

Certaines études de garnissages sont conduites avec des systèmes distributeurs qui sont difficilement utilisables en pratique. Nous avons cherché au contraire à construire un plateau, de conception industrielle.

Une distribution uniforme est d'autant plus nécessaire que la structure du garnissage offre une plus faible aptitude à la diffusion radiale. Ainsi, à la limite, un garnissage constitué par la juxtaposition de tubes indépendants nécessite une distribution parfaite : Exemple : système KUHN (6), tandis qu'un garnissage isotrope constitué par exemple par des anneaux Raschig de petites dimensions par rapport au diamètre de la colonne, peut s'accomoder d'une distribution médiocre, abstraction faite cependant de son défaut principal. Le premier type du garnissage conserve indéfiniment la répartition incidente, le second la modifie ; une distribution à grande densité de liquide au centre est rapidement dispersée, attirée par les parois comme nous l'avons déjà signalé. (34) (35).

Le garnissage MULTIKNIT cloisonné ayant une anisotropie marquée nécessite une distribution uniforme en tête de colonne. Nous verrons au chapitre V que la bande gaufrée favorise la dispersion du liquide suivant sa plus grande dimension et que, de ce fait le garnissage s'accomode d'une distribution en un nombre limité de points. Nous la réaliserons grâce à un plateau distributeur.

II - FONCTIONS QUE DOIT REMPLIR UN PLATEAU DISTRIBUTEUR.

1°) En premier lieu le plateau doit distribuer le liquide aussi uniformément que possible dans toute la section droite de la colonne, et pouvoir fonctionner dans les limites de débits définies par chaque problème particulier. En distillation continue, ces limites peuvent être rapprochées, tandis que pour des opérations discontinues, le plateau devra assurer une bonne distribution aussi bien à faible débit, (Rétention minimum), qu'à débit élevé.

2°) Il doit laisser passer le débit gazeux sans perte de charge disproportionnée par rapport à celle du garnissage.

3°) La rétention du liquide doit être faible à bas régime, et le plateau doit pouvoir se vider au repos.

4°) Le plateau doit pouvoir s'accomoder de légers défauts d'horizontalité.

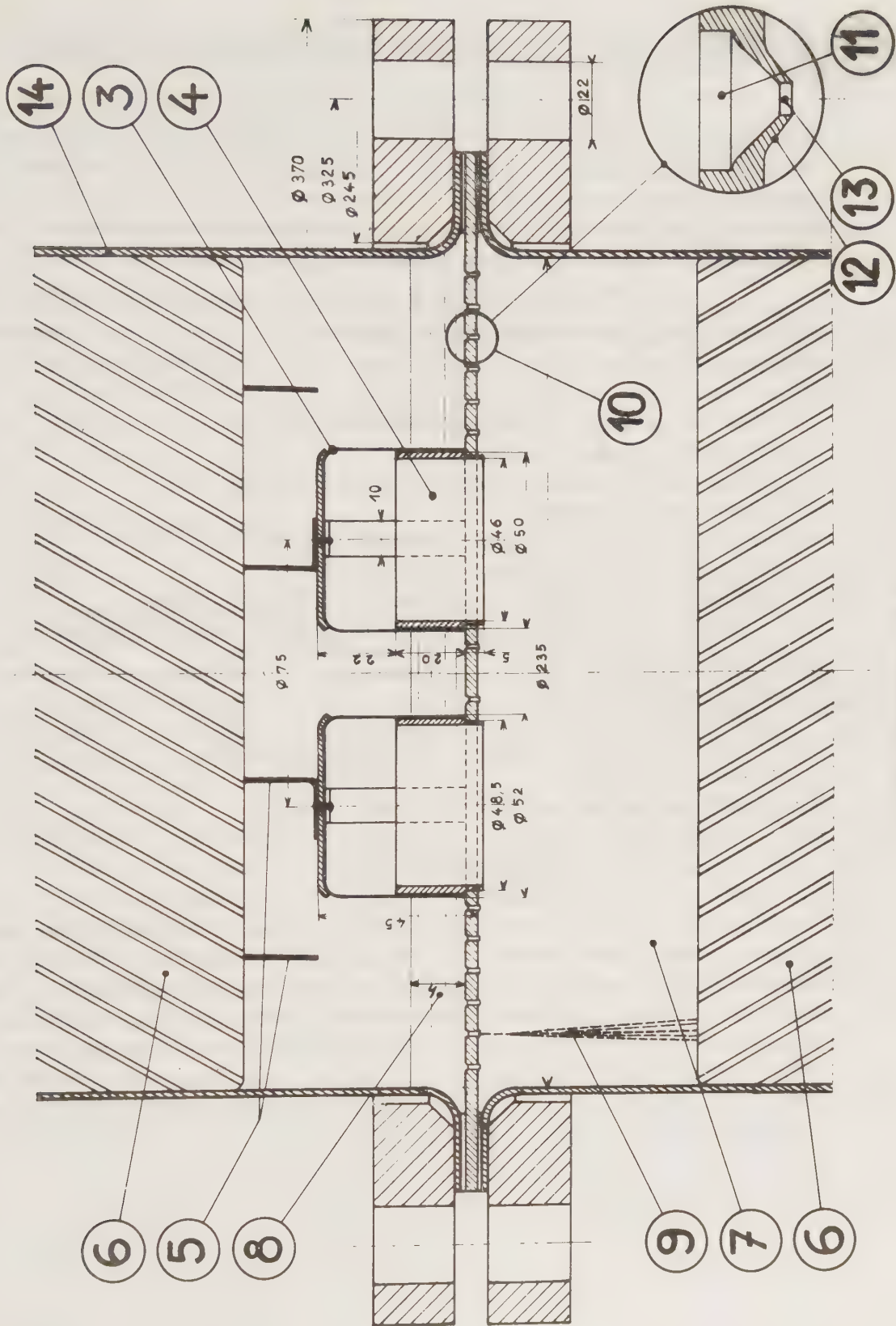
Ces diverses raisons nous ont conduit, après des étapes intermédiaires inévitables, au plateau distributeur ou redistributeur avec lequel nous avons réalisé l'étude de nos garnissages.

Ce plateau de réalisation relativement simple, supporte le garnissage supérieur : il évite une grille.



Fig. IV - 1

Plateau distributeur ou redistributeur pour
colonne à distiller de diamètre 235 mm



PLATEAU REDISTRIBUTEUR Fig IV 2

III - DESCRIPTION DU PLATEAU DISTRIBUTEUR DEFINITIF

Ce plateau a été mis au point en colonne "air-eau". La figure IV-1 montre une photographie d'un plateau distributeur ou redistributeur utilisé dans la colonne à distiller de diamètre 235 mm, sous pression atmosphérique. Le cercle noir figure le diamètre de la colonne ; on peut apprécier la grande porosité de section du plateau : $\varepsilon = 45 \%$, alors que pour le garnissage type E : $\varepsilon' = 78 \%$

Le dessin de la figure IV-2 montre les détails de construction. Les repères des figures IV-1 et IV-2 correspondent à ceux de la nomenclature ci-dessous :

- 1 - Vue de dessous du plateau distributeur
- 2 - Vue de dessus du plateau
- 3 - Chapeau de cheminée et pattes de fixation
- 4 - Corps de cheminée
- 5 - Lamelles d'espacement formant support
- 6 - Garnissages supérieur et inférieur
- 7 - Espace libre : uniformisation de la phase gazeuse
- 8 - Retenue de liquide : uniformisation de la phase liquide
- 9 - Filet liquide
- 10 - Détail d'un ajutage
- 11 - Avant-trou
- 12 - Forme en relief obtenue par emboutissage
- 13 - Orifice calibré
- 14 - Corps de la colonne

Nomenclature IV-3

Le liquide de rétrogradation s'accumule au-dessus du plateau jusqu'à une hauteur (h) dépendant du régime. Il se produit alors une véritable homogénéisation du liquide dans le plateau. Ce liquide est ensuite distribué dans le garnissage inférieur par un grand nombre d'ajutages de forme spéciale. Les vapeurs s'écoulent par des cheminées protégées contre le passage direct du liquide au moyen de chapeaux maintenus sur des pattes à une hauteur telle que la section de passage des vapeurs soit conservée.

Lors des premiers essais, le garnissage supérieur reposait directement sur les chapeaux de cheminée, mais cette disposition favorisait son engorgement ; nous avons alors utilisé des lamelles d'espacement (n°5 Fig. IV-1) sur champ, pour assurer une meilleure distribution des vapeurs dans le garnissage supérieur.

Dans l'espace libre situé sous le plateau, les vapeurs ascendantes se détendent et se mélangent. Les vapeurs redistribuées sont donc homogènes. Le plateau rétablit ainsi la planéité et l'horizontalité des surfaces de niveau des concentrations x et y .

Le plateau peut s'adapter dans un renflement de la colonne (Figure IV-5), ou à l'intérieur d'une virole (figure IV-6) ce qui le rend utilisable pour les appareils fonctionnant sous pressions réduites, ou sous hautes pressions.

IV - ETUDE DES AJUTAGES

Les ajutages sont disposés sur des cercles concentriques et équidistants (Fig. IV-1 n°1) de manière que le nombre de trous par unité de longueur de bande soit constant. Leur espacement maximum sur une même circonférence a été étudié dans une cellule en plexiglass (chapitre V) pour que la double bande gaufrée soit mouillée par dispersion automatique du liquide après une hauteur traversée de quelques centimètres (autodistribution).

Nous avons étudié la forme et le débit des ajutages à l'aide du dispositif expérimental décrit au chapitre V. Leur forme en relief a pour but de contraindre le filet liquide émergeant, à tomber à la verticale du trou. Avec un orifice obtenu sans déformation de la paroi, le filet liquide mouille la face inférieure du plateau, son point de chute est déplacé. L'avant trou percé sur la face supérieure est destiné à rendre le débit de l'ajutage indépendant de l'épaisseur de la plaque, et à éviter toute déformation du plateau lors de l'emboutissage de la partie en relief.

Pour pouvoir calculer les dimensions des plateaux, nous devons connaître le débit des ajutages avec une assez grande précision. Ce débit dépend surtout de 2 facteurs : le diamètre du trou et la hauteur de charge h . Nous avons vérifié que l'épaisseur du plateau n'avait aucune influence sensible, puis mesuré à hauteur de charge constante, les débits individuels d'ajutages de divers diamètres échelonnés de 1 à 3 mm.

Ces essais renouvelés avec de l'eau à diverses températures échelonnées de 20 à 80°C ($0,37 < \mu < 1$ cp.) montrent que dans cet intervalle, la viscosité n'intervient pas de façon sensible sur le débit. Les résultats sont résumés sur l'abaque de la figure IV-4.

On peut également établir une expression semi-empirique en remarquant que le réseau de segments appartient à une même famille de droites dans les limites définies ci-dessous :

d = diamètre du trou en cm
h = hauteur de charge en cm
q = débit d'un ajutage en cm³

pour $0,4 < \mu < 1$ cp
 $0,1 < d < 0,3$ cm
 $1,5 < h < 8,0$ cm

On a :

$$q = 26,7 \left(\frac{h}{3} + 1 \right) d^2$$

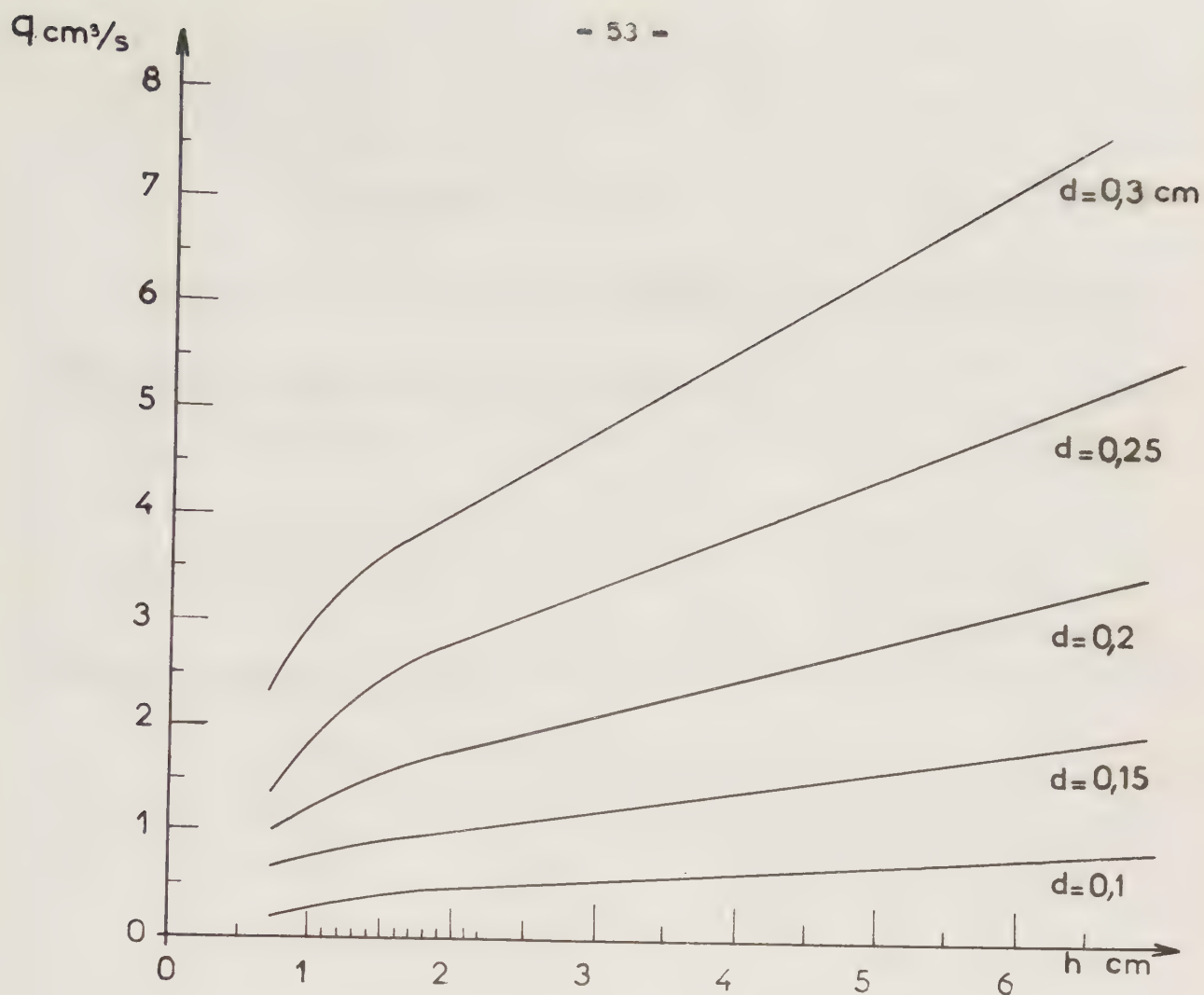
Incertitude relative sur la valeur de q : 7 %

V - PRINCIPE DU CALCUL DES DIMENSIONS D'UN PLATEAU DISTRIBUTEUR

Le calcul d'un plateau distributeur ou redistributeur est un travail délicat et essentiel car le rôle du plateau est aussi important que celui du garnissage.

Les débits extrêmes qu'un plateau est susceptible de distribuer dépendent des conditions de chaque problème particulier. A débit minimum, la distribution doit être acceptable, ce qui implique $h \gg 10$ mm. A débit maximum, le liquide ne doit pas déborder par les cheminées, ce qui fournira la valeur maximum de h. On procède alors par approximations successives : connaissant le diamètre de la colonne on peut déterminer grossièrement le nombre total de trous, sachant qu'il faut environ 20 trous/dm². On calcule alors les débits extrêmes de chaque trou, et le diagramme fournit les valeurs de d et h max. Il reste alors à disposer régulièrement les ajutages.

Les cheminées sont calculées de manière que la perte de charge du plateau soit faible devant celle du garnissage. Pour le fonctionnement sous pression atmosphérique, ou sous pression supérieure, on peut admettre une porosité de section de l'ordre de 40 %, mais pour les opérations sous faible pression, il est nécessaire de constituer de grandes sections de passage. Nous ferons en sorte que

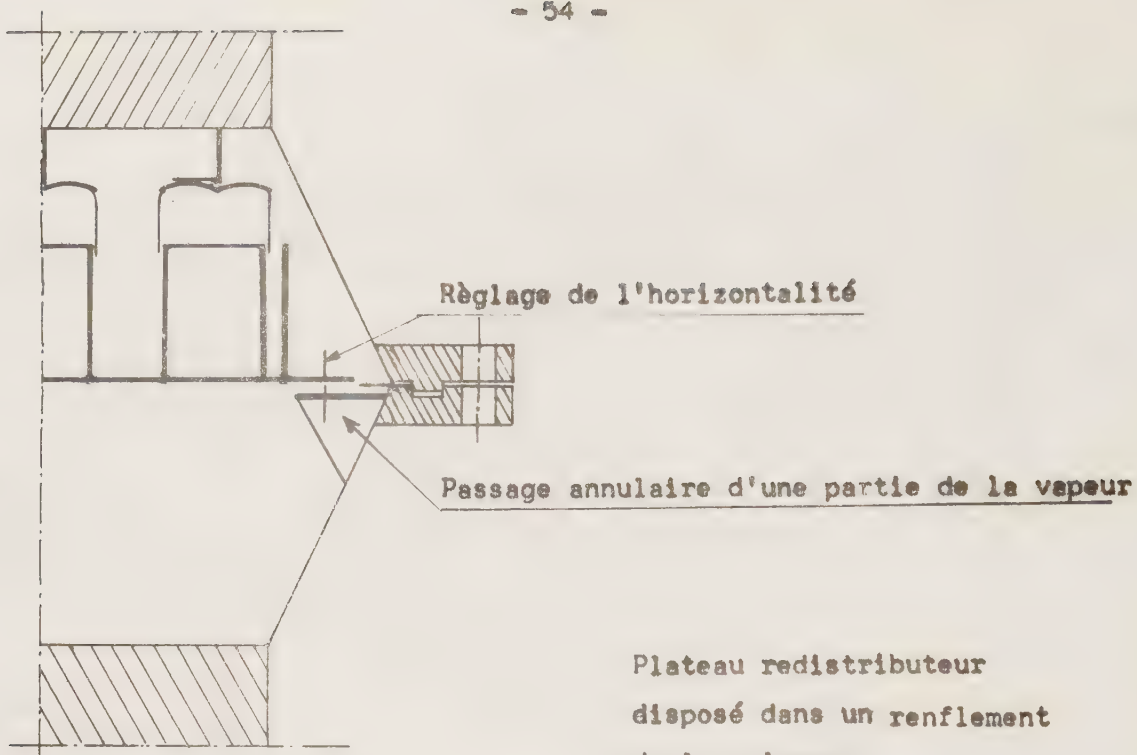


$$q = 26,7 \left(\frac{h}{3} + 1 \right) d^2$$

cm^3/s cm cm^2

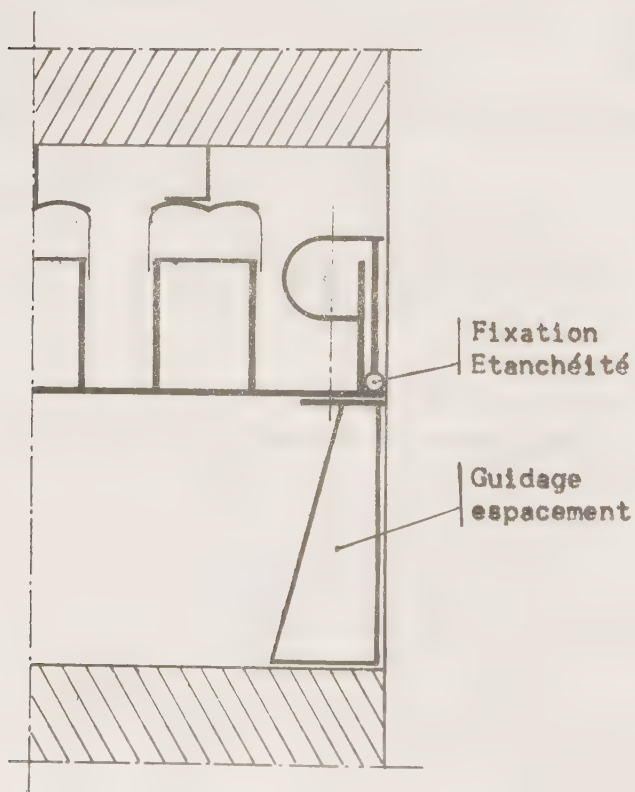
Débit q d'un ajutage en fonction du diamètre d du trou et de la hauteur de charge h .

Fig. IV -4-



Plateau redistributeur
disposé dans un renflement
de la colonne.
(opération sous faible pression)

Fig. IV -5-



Fixation à l'intérieur de la
colonne.

Fig. IV -6-

la porosité du plateau soit du même ordre que celle du garnissage, en pratiquant un renflement de la colonne. Voir figure IV-5. Cette disposition permet en outre le réglage précis de l'horizontalité et supprime un joint d'étanchéité.

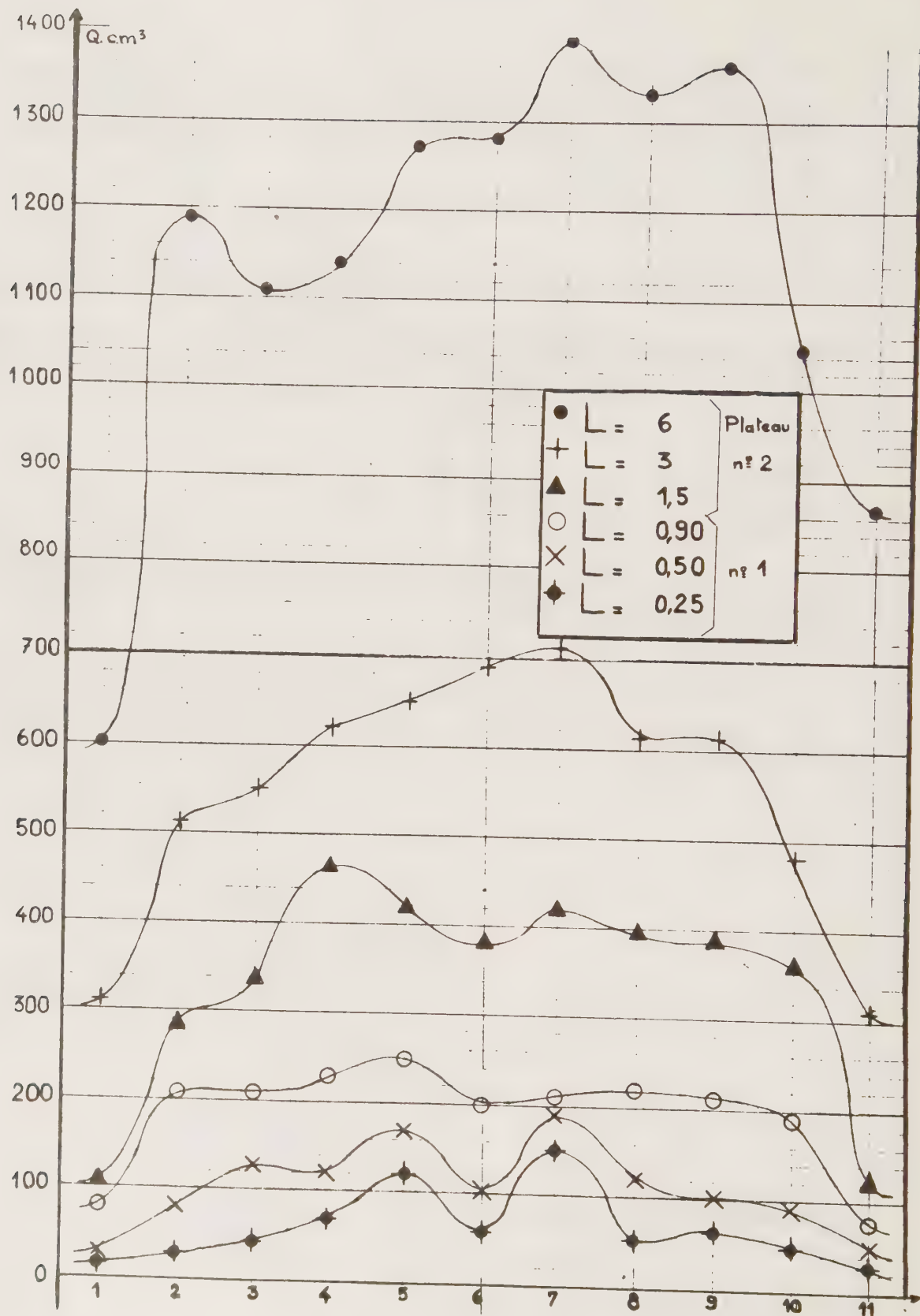
VI - CARACTERISTIQUES DYNAMIQUES DES PLATEAUX UTILISES

Nous avons utilisé pour nos essais 3 plateaux qui assurent la même distribution de liquide, mais autorisent des débits différents. Les plateaux n° 1 et n° 2 destinés à la colonne "air-eau" permettent les débits suivants :

Plateau n° 1 : 35 $\langle Q_r \rangle$ 150 l/h
Plateau n° 2 : 200 $\langle Q_r \rangle$ 1400 l/h

Les plateaux n°3 sont destinés aux essais de distillation. La figure IV-7 montre les courbes de répartition du liquide obtenues pour diverses valeurs de L.

Ces courbes ne présentent pas d'anomalie marquée ; elles résultent des moyennes de plusieurs mesures, et serviront de référence pour apprécier la répartition mesurée dans diverses sections droites des garnissages.



Répartition du liquide assurée par les plateaux
n° 1 et n° 2

Fig IV 7

CHAPITRE V

ETUDE QUALITATIVE DES ECOULEMENTS AU SEIN D'UNE COUCHE ELEMENTAIRE DE GARNISSAGE

Avant d'entreprendre les essais en colonne "air-eau" (Chapitre VI) et pour en réduire le nombre, nous avons cherché à connaître l'influence de certains paramètres sur les principales grandeurs caractérisant le comportement dynamique du garnissage.

- structure du matériau
- compactage de la bande gaufrée
- débit du liquide
- vitesse du gaz
- viscosité du liquide
- distribution du liquide

Nous avons essayé de dégager l'influence de ces divers éléments sur la perte de charge, la rétention et sur la dispersion de la phase liquide dans le garnissage, au niveau d'une double couche gaufrée.

Nous n'avons trouvé dans la littérature aucune étude de phénomènes locaux. Il convient de remarquer que cette manière d'aborder le problème est étroitement liée à la texture de nos matériaux, et ne peut s'appliquer qu'aux garnissages élastiques possédant une structure organisée périodique : stratifiée ou fibreuse.

I - DESCRIPTION ET JUSTIFICATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

1°) Justification

Nous avons vu au chapitre II que la bande de cloisonnement des garnissages du type E garantissait une uniformité satisfaisante au matériau. De plus, cette bande provoque une véritable canalisation du gaz et du liquide, suivant la direction axiale de la colonne. On peut donc admettre en première approximation que les écoulements dans un garnissage cloisonné, sont étroitement liés à ceux observables dans une double couche du matériau.

Le principe de nos essais consiste à isoler la portion d'un tampon cylindrique définie par 2 bandes de cloisonnement successives, d'une longueur développée de 150 mm. L'échantillon ainsi constitué est disposé dans une cellule d'étude reproduisant les conditions statiques dans lesquelles il se trouve au sein du garnissage.

2°) Description sommaire de l'appareil - Figure V-1

La cellule elle-même est alors soumise à des conditions hydrodynamiques et aérodynamiques comparables à celles d'une colonne d'échange à contre courant.

a) La cellule

Construite en plexiglas pour permettre l'observation des écoulements, la cellule est constituée de deux plaques planes et rigides, séparées par des cales dont l'épaisseur peut être modifiée suivant les essais. La figure V-2 montre en coupe la section droite de la cellule avec un échantillon de garnissage type E.

b) Le circuit d'air

La cellule ainsi définie est disposée verticalement dans une veine d'air ascendant, dont la circulation est assurée par un aspirateur. Le débit d'air se règle par une vanne série, et un by-pass, tandis qu'un anémomètre à thermistance permet de déterminer la vitesse moyenne U dans la section de la cellule supposée vide.

La liaison entre le haut de la cellule et la conduite d'air est assurée par un tuyau en caoutchouc, maintenu sur un support métallique. Un manomètre indique la perte de charge de l'ensemble système distributeur et garnissage, mais des essais montrent qu'on peut tenir pour négligeable la perte de charge du système distributeur.

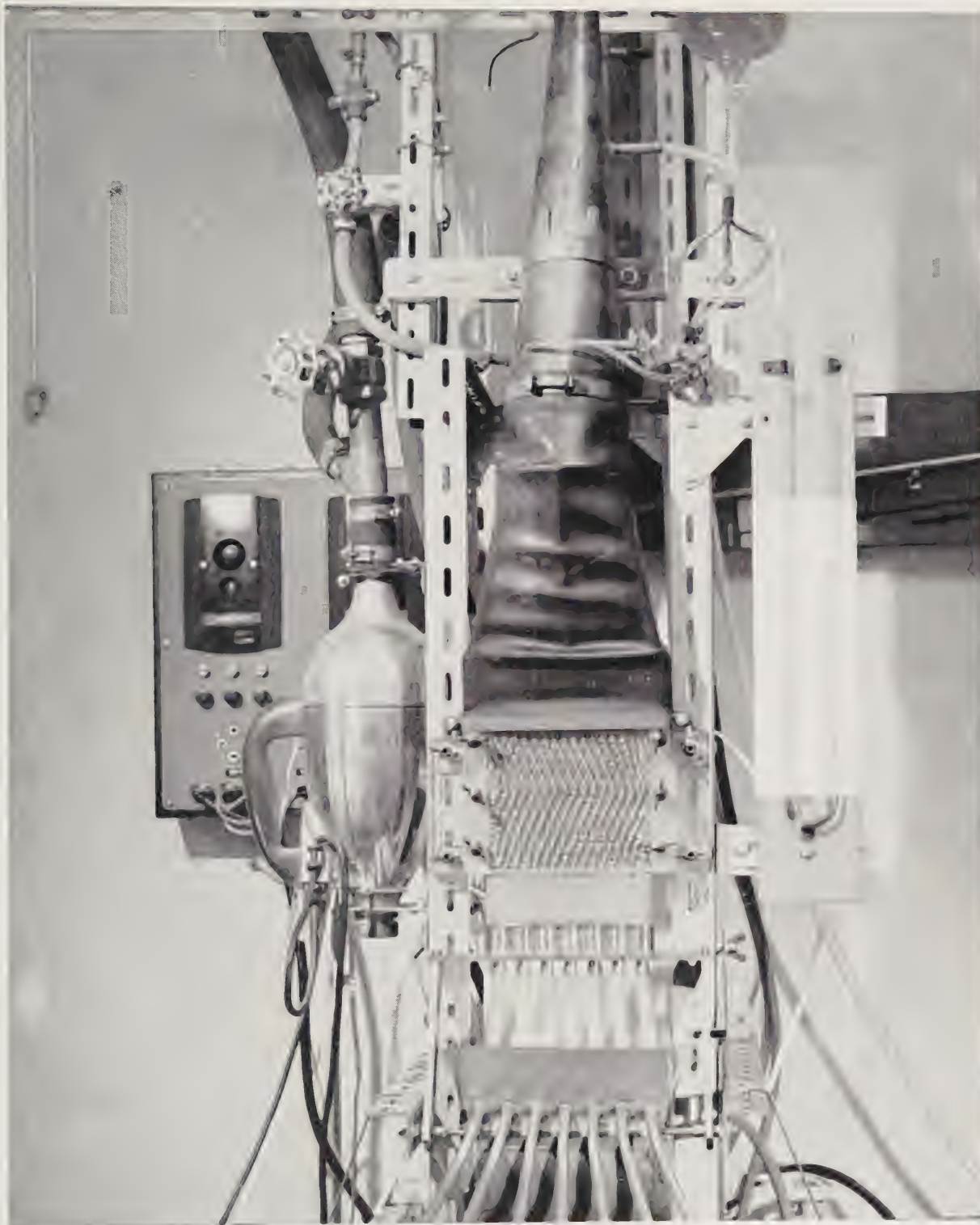
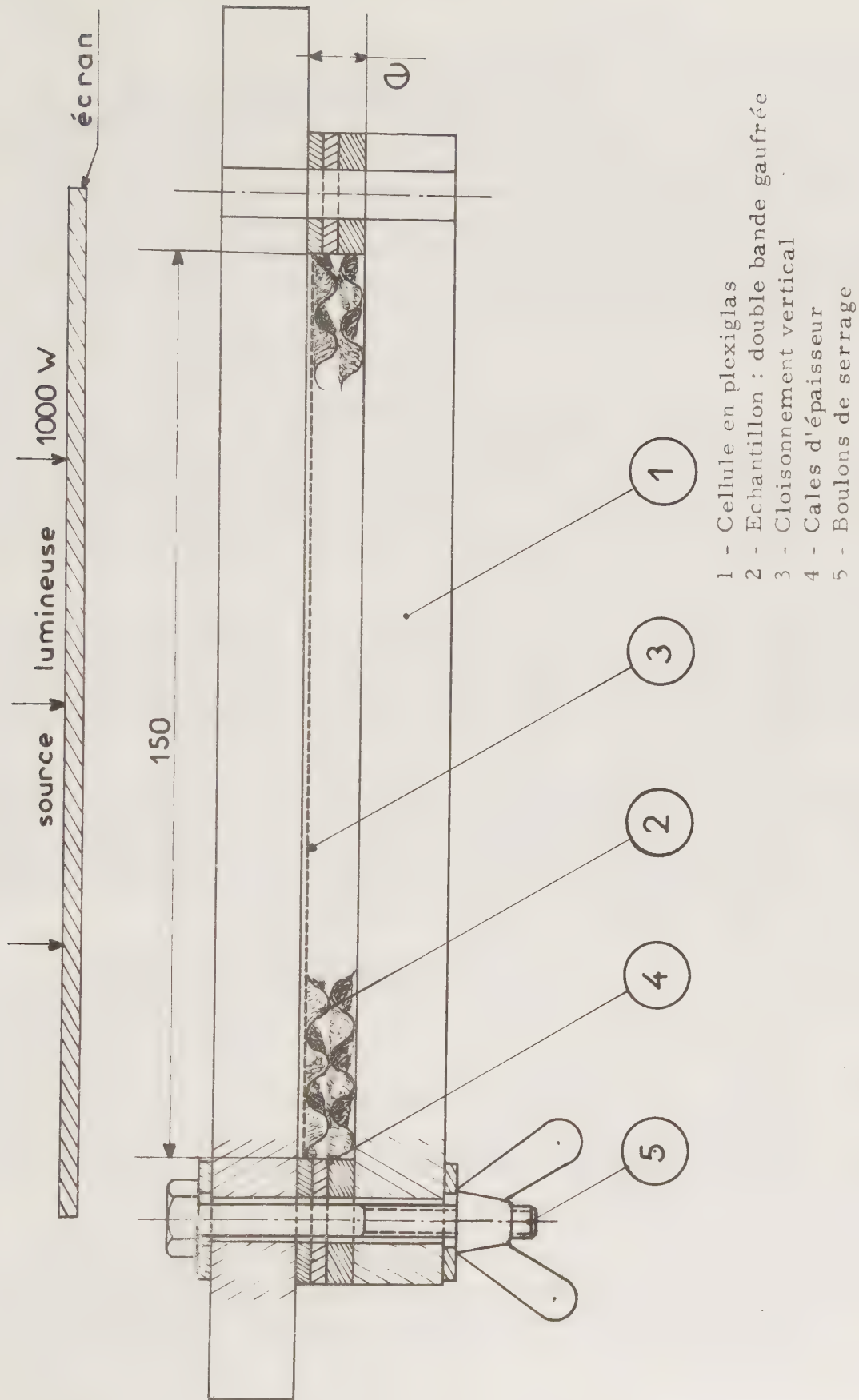


Fig. V - 1

Disposition de la cellule d'observation



Section horizontale de la cellule, perpendiculairement à l'écoulement du gaz
 Fig. V-2

c) Le circuit du liquide

Le liquide s'écoule en circuit fermé sur un groupe motopompe-thermostat permettant son maintien à la température constante choisie, et assurant l'alimentation permanente d'un réservoir à niveau constant. La conduite d'alimentation de la cellule, issue de ce réservoir, peut être connectée à 2 systèmes de distribution. Le débit est mesuré à la sortie du garnissage par prélèvement dans une capacité jaugée.

d) Les systèmes distributeurs

1/ Système de distribution uniforme. Le distributeur principal est constitué par un bac allongé et très étroit, dont la base est munie de 7 ajutages alignés, identiques et équidistants conformes à ceux du plateau de la figure IV-2. Le liquide s'accumule dans le bac suivant une hauteur h dépendant du débit. Le gaz passe de chaque côté du bac. Un dispositif de centrage permet de situer la ligne des jets dans le plan vertical moyen de la cellule.

2/ Système ponctuel de distribution. La cellule peut aussi être alimentée en trois points annexes. Les jets issus de ces trois points peuvent agir indépendamment ^{ou} simultanément. Ils peuvent être connectés à la conduite d'alimentation précédente, ou à un réservoir contenant une solution colorée.

3/ Système mixte. Les deux systèmes de distribution peuvent donc fonctionner simultanément en déversant sur le garnissage des liquides de couleur différente, ou indépendamment réalisant alors, soit une distribution uniforme, soit une distribution ponctuelle. Seul le jet central sera utilisé comme distribution ponctuelle.

e) Observation des écoulements

La cellule est éclairée perpendiculairement par un projecteur de 1000 W. Un écran jaune augmente le contraste et diminue l'éblouissement. Le liquide pouvant être coloré en rouge ou en bleu, on observe très facilement par transmission, son cheminement ainsi que celui du gaz, dans la structure du matériau. On peut alors photographier ces écoulements, ou décàlquer les figures de dispersion.

f) Mesures de répartition

Au-dessous de la cellule se trouvent 7 cônes de prélèvement, reliés à des éprouvettes graduées, leur support mobile permettant de les disposer sous l'écoulement, pendant un temps déterminé.

Nous comptions utiliser ce système pour mesurer la répartition du liquide à la sortie de la cellule, mais nous n'avons pas réussi à assurer une liaison efficace entre le garnissage et le milieu extérieur, si bien que les écoulements observés n'étaient pas représentatifs du phénomène. Cela nous a fourni des indications précieuses pour résoudre ce même problème à la base du garnissage de la colonne "air-eau" (voir Chapitre VI-3). Dans les présents essais, l'observation par transmission a suppléé avantageusement à des mesures de répartition par prélèvement. Ces cônes nous ont permis de mesurer le débit individuel des ajutages (voir Chapitre IV).

3°) Remarque

Dans sa cellule, l'échantillon se trouve dans des conditions statiques et dynamiques comparables à celles qu'il subit réellement dans le garnissage. On réalise donc ainsi une véritable expérience "in-vitro".

II - OBSERVATION DES ECOULEMENTS DANS UN GARNISSAGE SOUMIS A UNE DISTRIBUTION UNIFORME DE LIQUIDE

1°) Description de l'essai

Le débit de liquide étant réglé, on fait croître la vitesse d'air jusqu'à l'engorgement, pour activer le mouillage de la micro-structure. Après avoir attendu que le matériau se soit égoutté, on peut commencer les essais.

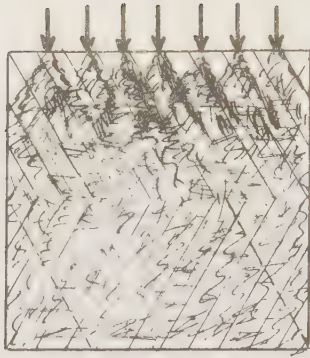
La figure V-3 permet de suivre l'évolution des écoulements observés pour diverses vitesses correspondant à des points particuliers de la courbe de perte de charge. Ces essais sont relatifs au garnissage type E. Nous schématiserons les figures le plus souvent observées.

2°) Interprétation

Si $U \approx 0$, on observe le cheminement du liquide sous l'effet des forces de pesanteur et de tension superficielle. Le liquide s'écoule le long de la macro-structure préalablement mouillée. On aperçoit le film tendu dans les vides de mailles de la toile métallique d'armure unie. Ce film est continu dans toute la zone d'observation; dans la partie supérieure cependant, on peut remarquer une légère surabondance de liquide dans le prolongement de certains jets incidents; quelques centimètres plus bas, la dispersion dans la structure métallique

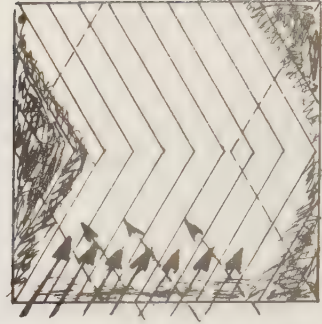
$U_1 = 0$

N° 1



U_2

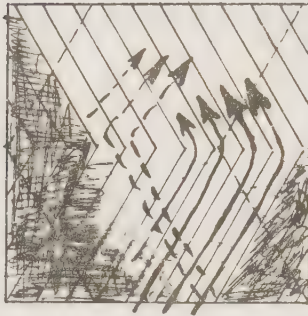
N° 2



Engorgement des canaux incomplets

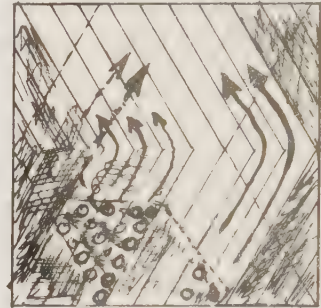
U_3

N° 3



U_4

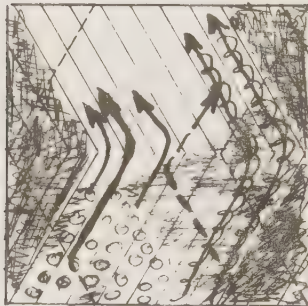
N° 4



Début de barbotage.

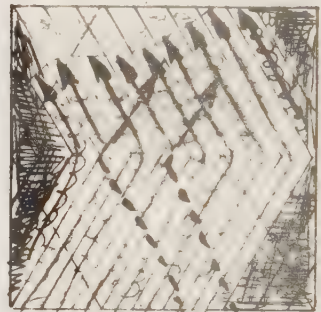
U_5

N° 5

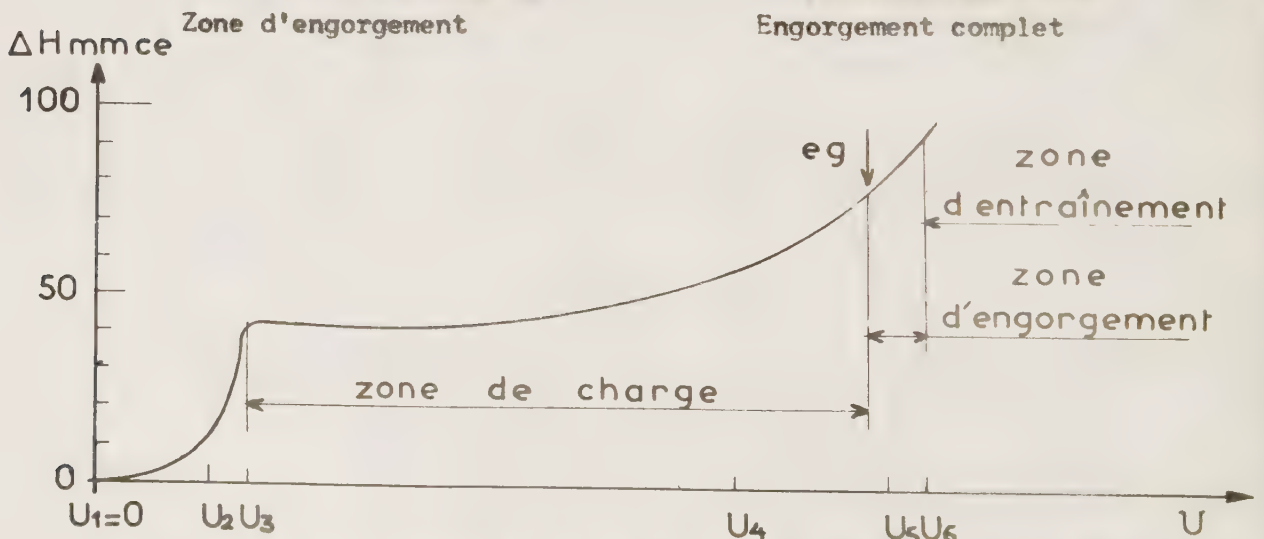


U_6

N° 6



Engorgement complet



Evolution des écoulements et de la perte de charge en fonction de la vitesse gaz pour une distribution uniforme du liquide à L constant.

Fig. V -3-

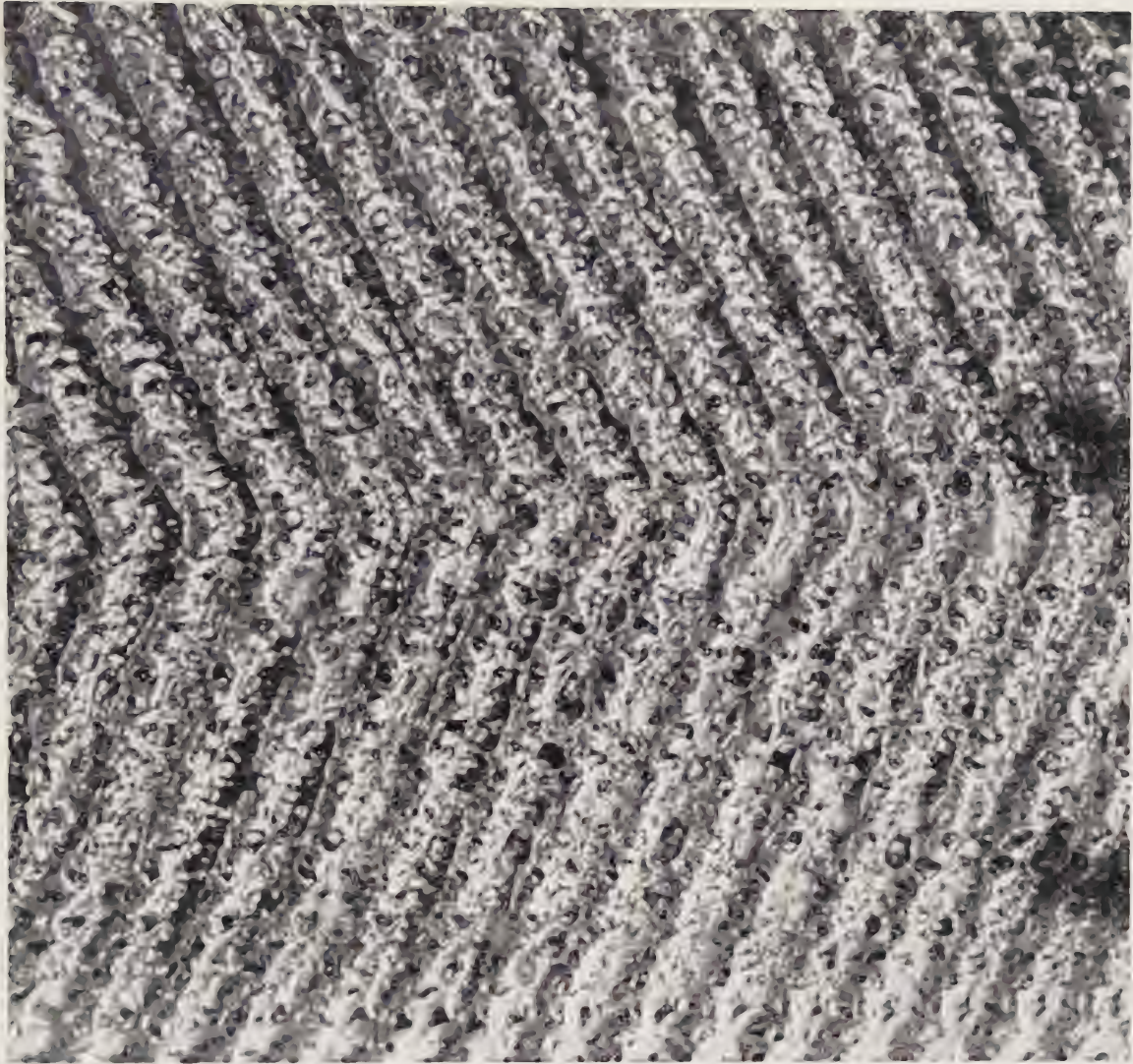


Fig V - 4

Écoulement des phases à contre-courant dans la bande gaufrée

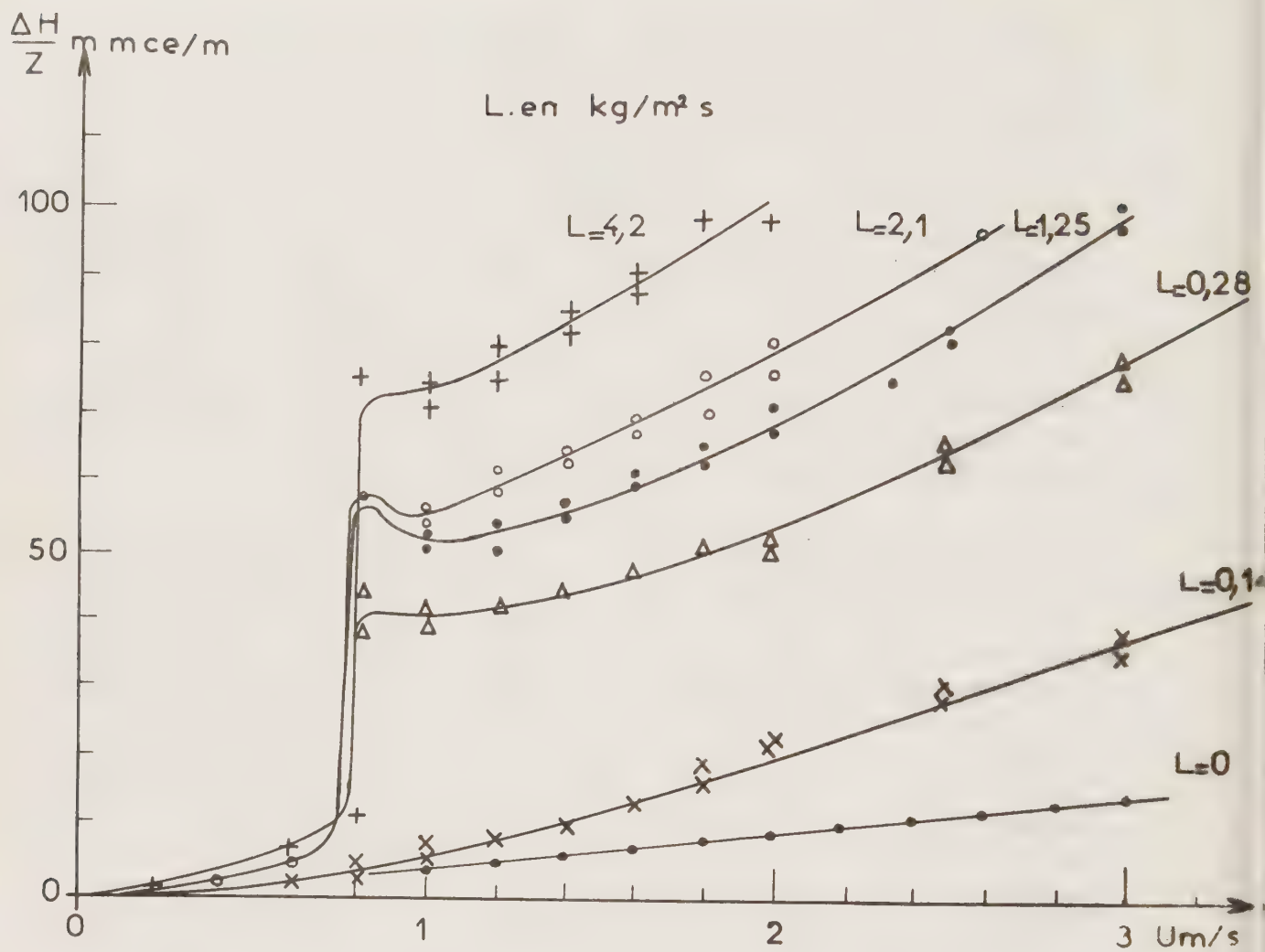
Photographie d'un échantillon de garnissage disposé dans la cellule en plexiglas. Un éclairage oblique provenant de gauche permet de voir les parties en relief éclairées, tandis que les parties les plus sombres représentent le creux des canaux où circule le gaz. On observe très bien dans la partie haute de la photographie, le film liquide délimitant le canal, et dans la partie basse l'étalement de la mèche constituée de 12 fils.

est totale : (Voir Fig. V-3 n°1). On améliore l'observation en colorant le liquide en rouge. Cette constatation justifie le qualificatif d'uniforme donné à une répartition en 7 points équidistants et équivalents puisque l'écoulement qui en résulte est dispersé après un trajet très court. Dans la zone U_1 U_2 , une faible augmentation de vitesse provoque une rétention anormale de liquide dans les canaux incomplets situés aux extrémités de l'échantillon. Ces canaux, rendus inactifs, réduisent la section libre de la colonne. Pour $U = U_3$, les canaux incomplets sont totalement engorgés, et on assiste alors à un changement d'allure de la courbe de perte de charge ; à mesure que U augmente au-delà de U_3 , du liquide s'accumule à la base de l'échantillon. Là il se trouve en proportion plus importante qu'ailleurs en raison de la nécessité pour lui de se regrouper en filets ou en gouttes pour vaincre les forces de surface tendant à l'empêcher de quitter la micro-structure.

Cette rétention anormale à la base s'accroît sous l'effet des forces aérodynamiques, maximales dans cette région, jusqu'à ce que certains canaux soient entièrement obstrués par le liquide : (U_4). Ensuite, le nombre de ces canaux augmente, provoquant une augmentation concomitante de la vitesse dans la zone libre (a). C'est le début de l'engorgement du garnissage qui se traduit par l'élévation brutale de la perte de charge. Pendant ce temps certains canaux afférant à des "germes" situés à la base de l'échantillon, laissent s'écouler du gaz sous la forme de trains de bulles. Une dispersion du gaz est réalisée par ces canaux dans le sens ascendant : phénomène visible en b (n°4). Au delà de U_5 la zone de rétention se développe et occupe la section libre. Tout le gaz est alors astreint à s'écouler sous forme de bulles à travers le lit de liquide, à partir de foyers de plus en plus nombreux. Lorsque la zone de rétention est maximum, les bulles de gaz traversent toute la hauteur garnie et provoquent au-dessus du garnissage une zone turbulente, écumeuse, traduisant l'engorgement complet. (Voir par anticipation la photographie VI-6 caractéristique d'un régime d'engorgement complet en colonne). Si U augmente au-delà de U_6 , on assiste à l'entraînement du liquide par le gaz.

Remarque

Il existe une analogie frappante entre le régime d'engorgement et le régime de fluidisation des lits de particules solides, dans les 2 cas, on peut atteindre l'entraînement en augmentant la vitesse du gaz.



Garnissage type E $\Delta H = f(U), (L)$
 Distribution uniforme du liquide

Fig. V -5-

3°) Influence des divers paramètres sur les phénomènes observés

a) Influence du débit de liquide L

Ce débit de liquide sera toujours représenté par le symbole L , exprimé en kg/m^2 de section droite, et par seconde.

Si L augmente, les allures des courbes de perte de charge et des figures de dispersion sont conservées, mais on assiste à une diminution de la vitesse d'engorgement, voir réseau de courbes (Fig. V-5).

b) Influence du compactage de l'échantillon

On peut faire varier ce paramètre en modifiant l'épaisseur des cales de réglage de la cellule. Toutes choses égales d'ailleurs, l'augmentation du serrage, en diminuant la porosité de la section de passage, entraîne une augmentation de la perte de charge et abaisse de façon considérable la vitesse d'engorgement. (Voir figure V-6 a, b).

c) Influence de la viscosité

Nous l'avons faite varier de 1 à 0,37 cp. en faisant varier la température de l'eau de 20 à 80°C, mais cela n'entraîne pas de modification sensible des écoulements.

d) Influence du cloisonnement et du gaufrage

Nous avons étudié des garnissages initiaux dont les canaux mal définis favorisent l'engorgement dans certaines zones. La présence de la toile métallique de cloisonnement améliore la continuité de l'écoulement, mais augmente sensiblement la perte de charge. Les courbes (c) et (d) de la figure V-6 permettent la comparaison de 2 garnissages cloisonnés, l'un avec l'ancien gaufrage (c), l'autre avec le nouveau (d). L'anomalie de la courbe (c) qui se produit pour tous les débits de liquide à faible vitesse est due à une obstruction complète des canaux à la base de l'échantillon par le seul effet de sortie, il faut une certaine dépression pour vaincre ce phénomène d'engorgement statique, lié à la dimension et à la forme de canaux.

e) Influence de l'état de surface du fil

Après une attaque de l'échantillon à H_2SO_4 chaud pendant 15 minutes, on assiste à une légère modification de l'état de surface. Cela provoque un meilleur accrochage du film liquide sur le fil, mais n'entraîne aucune modification sensible des écoulements, sinon une diminution des vitesses d'engorgement.

f) Influence du mouillage préalable

Tous les essais rapportés sont relatifs à des échantillons soigneusement mouillés, ce qui réduit le régime transitoire. Lorsque le garnissage est sec, le liquide ruisselle d'abord dans les canaux avant d'être progressivement capté par la micro-structure.

En partant d'un échantillon mouillé égoutté, si l'on atteint l'engorgement en augmentant progressivement la vitesse, la courbe $\Delta H = f(U)$ pour $L = Cte$ est décrite, comme le montre la figure V-6-d. L'engorgement étant réalisé, en réduisant progressivement la vitesse on décrit la courbe (e) située au-dessus de la courbe (d), ce qui caractérise un phénomène d'hystérésis. Cette observation sera confirmée par les essais en colonne "air-eau" de diamètre 235 mm.

III - ETUDE DES ECOULEMENTS DANS UN GARNISSAGE SOUMIS A UNE DISTRIBUTION LOCALISEE DE LIQUIDE.

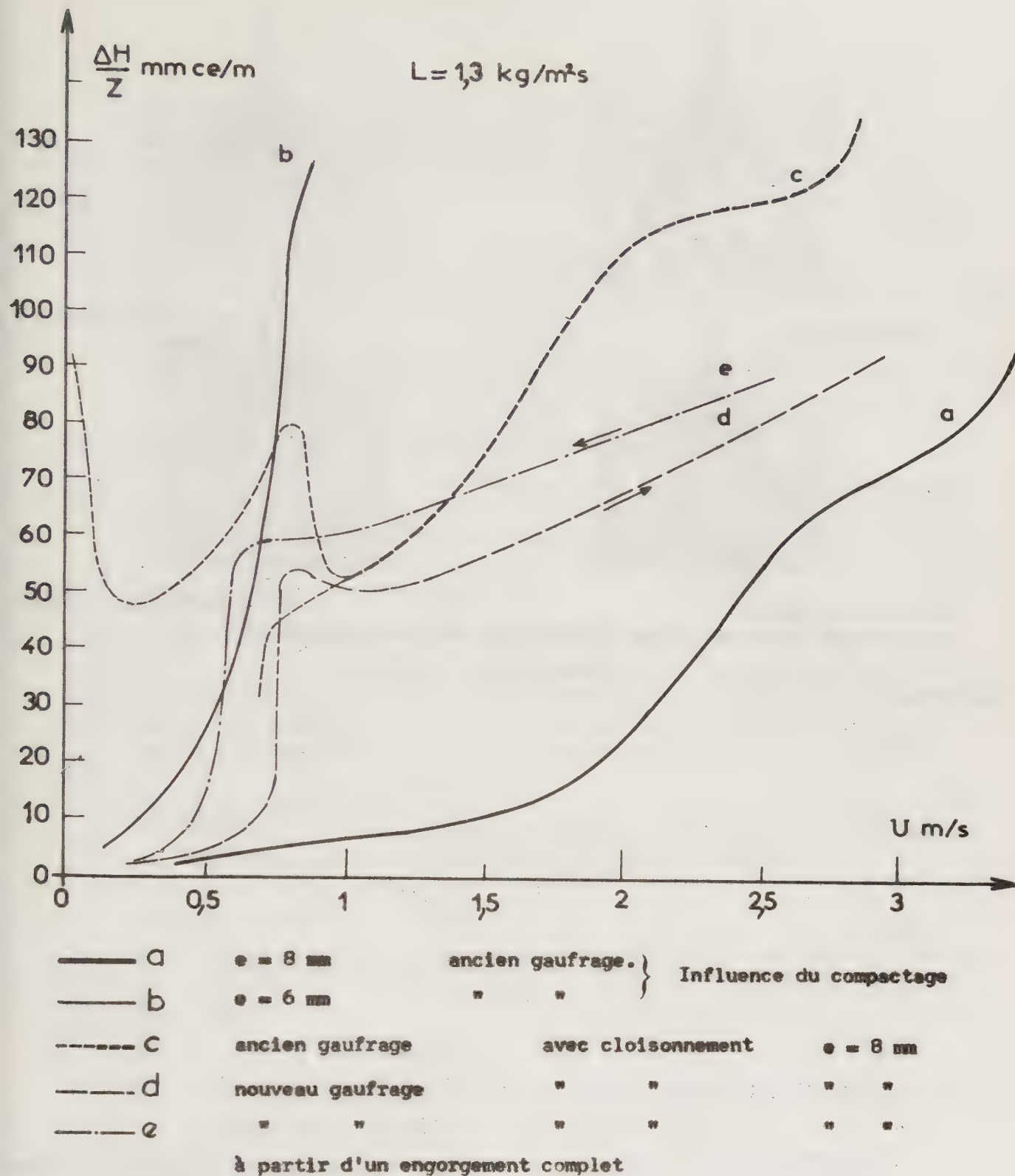
1°) Justification du modèle

Nous savons que dans les garnissages constitués par des solides en vrac, le liquide tend à s'écouler suivant des chemins préférentiels (1) et (2). Ces chemins peuvent être aléatoires, ou tributaires de défauts locaux de structure. Dans les deux cas, ils conduisent à un mauvais contact entre les phases, et le garnissage remplit mal son rôle essentiel. On peut remédier à ce défaut en réalisant une structure à haut pouvoir capillaire favorisant le mouillage du fil. Les actions de surface solide-liquide doivent être suffisantes pour disperser un écoulement localisé de liquide. A cette propriété essentielle, nous donnons le nom d'autodistribution, et nous nous proposons de la mettre en évidence.

On assure une distribution localisée d'eau colorée, par le jet central unique, et on observe par transmission le développement de la zone mouillée, qui est la zone de dispersion du liquide.

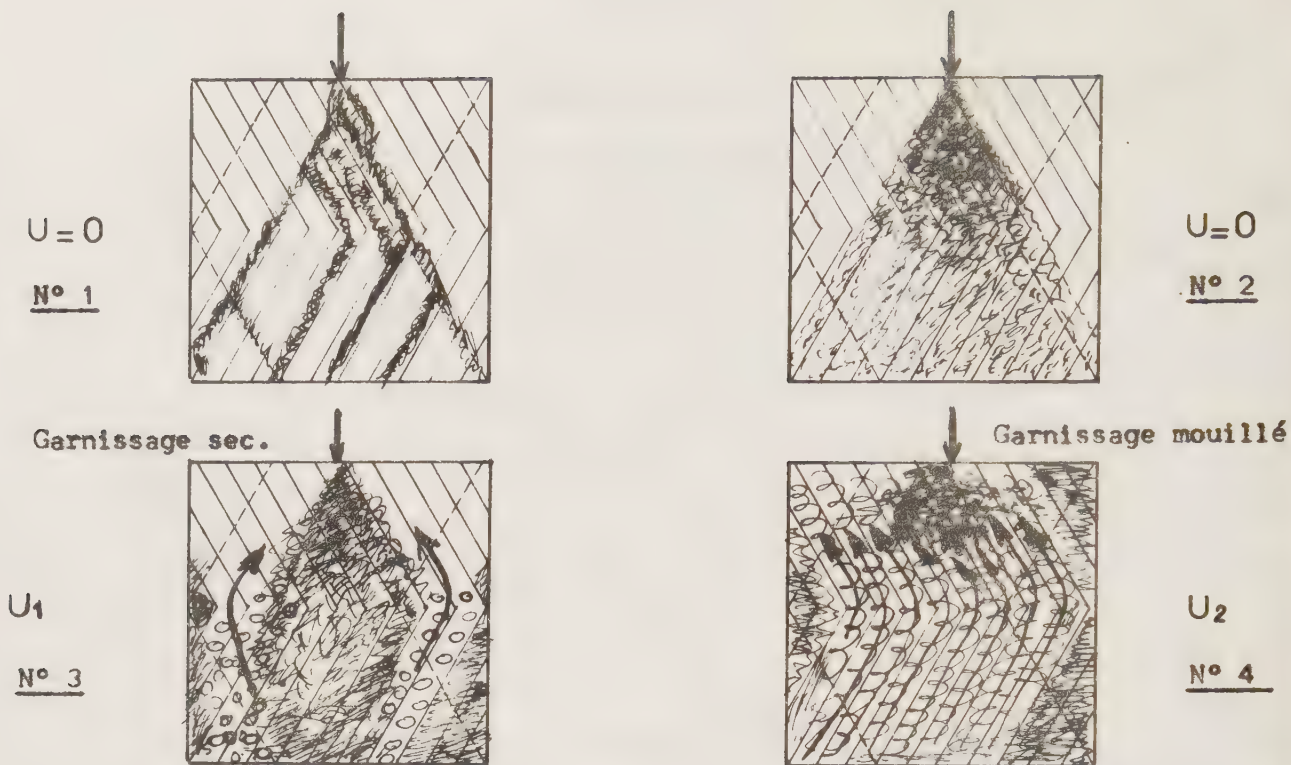
2°) Observation des écoulements à débit de liquide constant pour un garnissage type E. (voir figure V -7)

Le jet liquide incident est littéralement capté par la structure si celle-ci a été préalablement mouillée (figure V -7-2) ; on observe alors la zone de dispersion de la phase liquide, en forme de triangle isocèle. Si la vitesse d'air augmente, la zone de disper-



Influence du compactage, du cloisonnement et des conditions initiales, sur la perte de charge.

Fig. V -6-

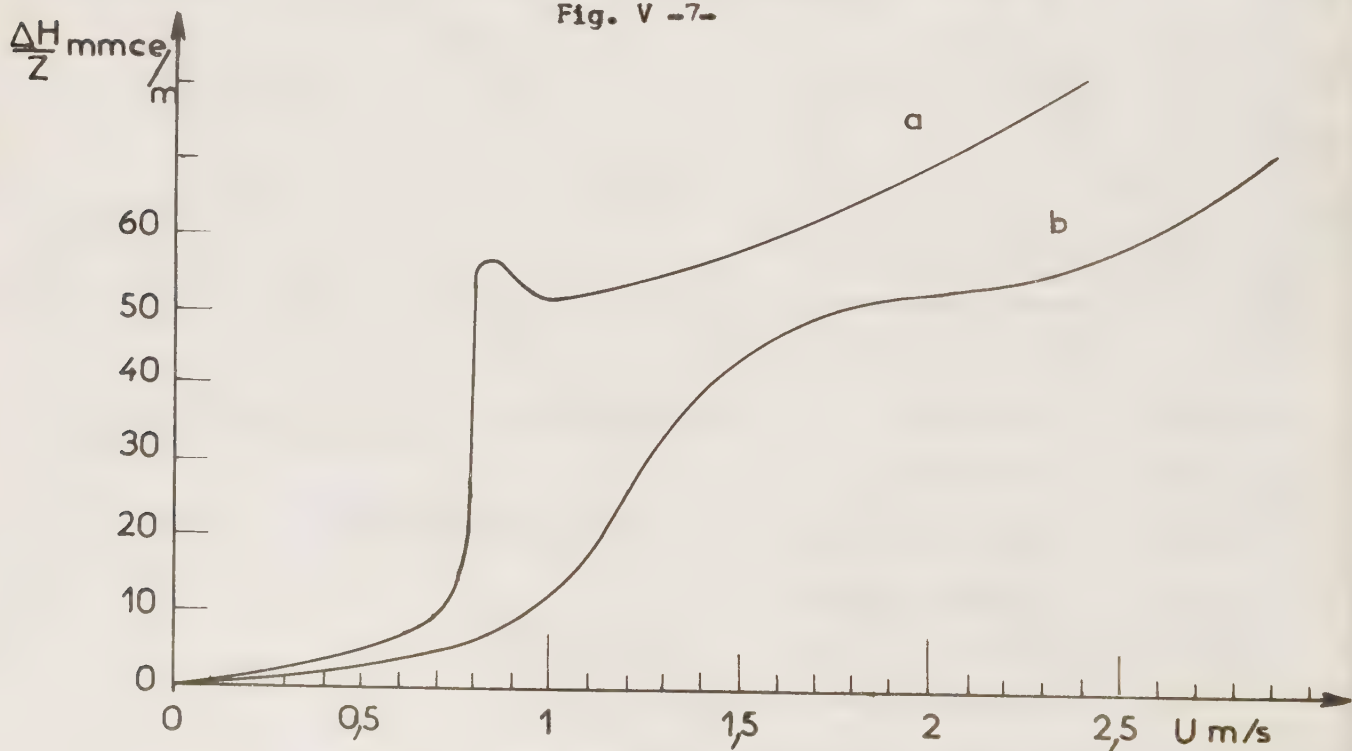


Début d'engorgement

Engorgement complet

Ecoulements résultant d'une distribution ponctuelle du liquide

Fig. V -7-



a : distribution uniforme du liquide

b : distribution ponctuelle " "

Garnissage type E

Perte de charge en fonction de la vitesse à débit de liquide constant.

Fig. V -8-

sion est d'abord perturbée à la base de l'échantillon : figure V-7-3. On assiste ensuite à une succession de phénomènes comparables à ceux décrits précédemment, lors de l'étude de la répartition uniforme ; seule la perte de charge est plus atténuée comme le montre la figure V -8a et 8b.

Avec des débits modérés de liquide , la couleur de la figure de dispersion est uniforme ; on peut alors supposer qu'un processus diffusionnel actif régit le phénomène.

3°) Influence des divers paramètres sur l'étendue de la zone de dispersion du liquide

Mouillage préalable. Figure V -7 n° 1 et 2

Dans le garnissage sec, le filet liquide ruisselle d'abord le long des canaux formés par le gaufrage et se disperse à la faveur des changements de direction des canaux. Le contre-courant d'air active le mouillage car il oblige le liquide à libérer les canaux et à s'écouler dans la micro-structure.

Débit du jet incident.

Au delà d'une certaine valeur de ce débit, le mécanisme diffusionnel de la dispersion se détériore et on observe une densité de liquide maximum sur la verticale passant par le jet. Il en résulte une valeur maximum à ne pas dépasser pour le débit d'un jet liquide.

Le compactage.

Un compactage élevé favorise la dispersion du liquide en améliorant le contact bande tricotée - cloisonnement.

Etat de surface.

Pour le matériau attaqué à H_2SO_4 , on observe une amélioration de l'écoulement dans le tricotage, en raison d'un meilleur mouillage du fil.

IV - DISPERSION D'UNE PHASE INCIDENTE LOCALISEE DANS UNE PHASE UNIFORME.

Pour observer ce phénomène, nous avons coloré en rouge le liquide uniformément réparti par le distributeur à 7 jets. Le régime stable étant réalisé, nous injectons par le jet central une solution concentrée de couleur noire à faible débit. Nous nous proposons d'observer la figure traduisant la dispersion de la solution noire dans la solution uniforme.

Le figure observée est une sorte de triangle, dont les cotés sont très mal définis.

Si $U = 0$, le triangle de dispersion est assez bien visible et peut être comparé à celui de la figure V -7 n°2. A mesure que U augmente les mouvements de convection du liquide, résultant de l'écoulement du gaz, sont tels que la solution noire diffuse dans toute la zone d'observation. Ce phénomène est surtout dû à la présence de canaux inclinés et en communication hydraulique.

RESUME

Ces essais nous ont permis d'observer commodément divers types d'écoulements au niveau de la bande gaufrée, et de dégager qualitativement l'influence de nombreux paramètres, sur la perte en charge, la rétention, et la répartition du liquide. De plus, ils nous ont convaincu de la nécessité d'une macro-structure uniforme, et de canaux bien formés pour la circulation des gaz, tandis que l'écoulement du liquide est favorisé par une micro-structure à pouvoir capillaire élevé.

Nous avons vu l'influence favorable du cloisonnement en toile métalliques sur la dispersion d'un filet liquide localisé. Cette observation confère au garnissage un effet auto-répartiteur devant retarder la formation de cheminements préférentiels, et même disperser un léger regroupement local de liquide.

En contre-partie, le cloisonnement augmente sensiblement la rétention d'où une augmentation corrélative de la perte de charge.

Nous avons tiré de ces essais un certain nombre de conclusions ayant contribué à la réalisation de la colonne "air-eau" (Chapitre VI) :

- Nécessité du mouillage du garnissage avant toute mesure
- Importance secondaire de l'influence de la viscosité du liquide.
Il n'est donc pas utile d'assurer d'une manière rigoureuse la constance de la température de l'eau.
- Existence de phénomènes d'hystérésis malgré le mouillage préalable.

Il convient cependant de situer ces conclusions dans leur contexte et de n'attribuer à certaines qu'une valeur d'indication. Les essais décrits ont mis en lumière les principaux éléments du problème, et ont permis de réduire le nombre des essais ultérieurs. Ils ne peuvent fournir aucun résultat numérique, ni prétendre remplacer des essais dans des conditions réelles de fonctionnement ; d'où la nécessité d'expériences à l'échelle industrielle en colonne "air-eau".

CHAPITRE VI

ETUDE DES CARACTERISTIQUES DYNAMIQUES

D'UN GARNISSAGE EN COLONNE "AIR-EAU"

I - JUSTIFICATION D'UNE ETUDE HYDRODYNAMIQUE

Si l'on examine les conditions de travail d'un garnissage, on se rend compte que les échanges à contre-courant gaz-liquide embrassent une foule d'applications - Distillation - Absorption - Extraction gaz-liquide. Récupération de solvants - Lavage de gaz - Humidification etc... Dans tous les cas le garnissage est soumis à des conditions hydrodynamiques ne différant que par les caractéristiques physiques des fluides et les débits respectifs de gaz et de liquide. On comprend, dès lors, que les phénomènes purement hydrodynamiques et aérodynamiques se manifestant dans le garnissage, aient une liaison étroite avec son comportement en tant "qu'échangeur d'extensités" (voir Chapitre I).

Etant donné la complexité des problèmes posés par un garnissage, seule une étude systématique de quelques paramètres essentiels dans des conditions de travail simplifiées peut nous conduire à apprécier leur influence respective et à trouver un remède aux défauts de fonctionnement observés.

Une telle étude implique cependant un grand nombre de mesures, aussi avons nous dû limiter nos travaux aux écoulements à contre-courant utilisant exclusivement le système air-eau dans les conditions habituelles : 20°C, 760 mmHg. Des études de garnissages ne considérant que l'écoulement du liquide (76) (78) ont montré l'influence des propriétés physiques des fluides. Nous nous bornerons à examiner de quelle manière ces propriétés déplacent les caractéristiques obtenues avec le système "air-eau".

Il faut aussi souligner l'utilisation de ce système à contre-courant pour l'étude de divers phénomènes :

- Homogénéisation du liquide dans les plateaux à tamis (58)
- Mesure électrique de la "tortuosité" des cheminements du liquide dans un garnissage d'anneaux Raschig (59)
- Répartition statistique des écoulements préférentiels dans les anneaux Raschig (2)
- Détermination de la rétention dynamique de garnissages divers (77)
- Observation de l'écoulement des deux phases dans un tube vertical (11).

Nous avons cherché à reproduire artificiellement et aussi fidèlement que possible, les conditions hydrodynamiques et aérodynamiques simultanées auxquelles est soumis le garnissage d'une colonne d'échange à contre-courant fonctionnant dans des conditions industrielles. Les diagrammes obtenus seront directement utilisables et permettront de déterminer la structure la mieux adaptée à un problème particulier.

DEFINITION DES PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DYNAMIQUES D'UN GARNISSAGE

La perte de charge : ΔH est la différence entre les pressions statiques à l'amont et à l'aval du garnissage.

La rétention ou rétention totale : β est la quantité totale de liquide retenue dans un garnissage.

La rétention dynamique : β_d est la quantité de liquide retenue dans le garnissage sous l'effet des forces aérodynamiques et des forces de frottement visqueux.

La rétention statique : β_s est la quantité de liquide retenue dans le garnissage après 10 minutes d'égouttage.

On a : $\beta = \beta_s + \beta_d$

Les divers paramètres étudiés peuvent être répartis en 3 catégories :

Conditions intérieures aux garnissages :

- gaufrage
- cloisonnement
- état de surface

Conditions extérieures aux garnissages :

- disposition des tampons
- continuité axiale du garnissage
- distribution incidente du gaz et du liquide

Conditions de fonctionnement :

- conditions initiales (mouillage, engorgement)
- débit de liquide de rétrogradation
- vitesse de gaz

Nous nous proposons d'étudier l'influence de ces diverses variables sur :

- la perte de charge
- la rétention dynamique
- la distribution du liquide dans le garnissage
- les régimes de charge et d'engorgement

Seuls les garnissages dont le comportement en colonne "air-eau" aura été jugé satisfaisant, seront étudiés en colonne à distiller. Cette sélection préalable réduira le nombre d'essais ainsi que la masse de garnissages nécessaires, car une série d'expériences en colonne à distiller nécessite environ 3 fois plus de garnissages.

Les essais en colonne "air-eau" sont aussi beaucoup plus simples et beaucoup plus rapides que ceux en colonne à distiller. Point n'est besoin d'attendre l'établissement d'un régime thermique permanent. A titre de comparaison : la mise en régime de la colonne à distiller nécessite 4 à 5 heures de fonctionnement tandis que le régime permanent est atteint au bout de 5 à 10 minutes en colonne "air-eau", à partir d'un garnissage préalablement mouillé. A ce gain de temps considérable, s'ajoutent de nombreux autres avantages :

- facilité des mesures de rétention et de répartition,
- possibilité d'observation directe des écoulements,
- possibilité d'étudier indépendamment certaines caractéristiques dynamiques.

Une installation provisoire réalisée avec des moyens de fortune a fourni la preuve de l'existence d'écoulements préférentiels dans certaines zones des premiers tampons. Nous avons construit un premier dispositif de mesure de répartition du liquide et mis en évidence l'avantage d'un garnissage cloisonné pour la conservation de cette distribution (56) Fig. VI-18 et 19. Ce montage a également permis d'essayer divers types de plateaux distributeurs, et de déterminer les fonctions que doit assurer un véritable modèle destiné à l'étude des phénomènes d'écoulement dans un garnissage.

II - DESCRIPTION DU MODELE DEFINITIF

L'installation doit permettre :

- La mise au point de plateaux distributeurs adaptés au garnissage.
- La détermination de la perte de charge et de la rétention dynamique du garnissage en fonction de la vitesse du gaz et du débit spécifique d'arrosage.
- L'observation des écoulements aussi bien dans le système distributeur qu'au voisinage de la paroi et sous le garnissage.
- La mesure de répartition du liquide,
- La mise en évidence d'un éventuel effet de paroi,
- La comparaison de divers garnissages obtenus après certaines modifications de structure.

Le schéma VI -1 et la nomenclature VI -2 indiquent la position relative des divers organes constituant l'installation.

A - La colonne.

La photographie VI -3 est celle de la colonne proprement dite, constituée d'un tronçon en plexiglas qui peut recevoir 5 tampons MULTIKNIT, et d'un élément distributeur également en plexiglas. L'ensemble est suspendu par l'intermédiaire de deux tronçons de la colonne à distiller jouant le rôle de section calmante, et éventuellement d'allonge. A sa partie inférieure la colonne est munie d'une grille support spéciale (figure VI -4) qui sera étudiée avec l'appareil de mesure de répartition.

On aperçoit également sur la photographie le plateau distributeur. La verticalité est corrigée par des haubans.



Fig VI 1

SCHEMA GENERAL DE LA COLONNE "AIR - EAU"

- 1 - Groupe dépresseurs MIL'S
- 2 - Collecteur de refoulement
- 3 - Conduite d'aspiration
- 4 - Vanne de réglage du débit d'air, commandée à distance
- 5 - By-pass synchronisés, commandés à distance
- 6 - Moteur électrique 15 ch
- 7 - Dévésiculeur - régulateur d'aspiration (caché par 8)
- 8 - Déshuileur - régulateur de refoulement - Silencieux -
- 9 - Raccord souple
- 10 - Suspension élastique
- 11 - Elément tranquilisateur
- 12 - Tronçon de colonne en plexiglas
- 13 - Elément distributeur en plexiglas
- 14 - Tronçon de colonne permettant d'augmenter la hauteur garnie
- 15 - Mesure de température
- 16 - Vanne pointeau pour le réglage du débit du liquide
- 17 - Débitmètre électronique "ROCHARD"
- 18 - Vanne à fermeture rapide du circuit d'alimentation
- 19 - Vanne à fermeture rapide du circuit d'évacuation
- 20 - Tige d'accouplement des deux vannes
- 21 - Sonde de PRANDTL
- 22 - Grille support
- 23 - Cônes de prélèvement
- 24 - Axe de commande du dispositif de mesure de répartition
- 25 - Trémie de réception du liquide
- 26 - Diaphragme et mesure de température
- 27 - Filtre
- 28 - Conduite d'alimentation venant du réservoir à niveau constant
- 29 - Capacité jaugée pour mesure de rétention
- 30 - Réservoir principal
- 31 - Groupe moto-pompe
- 32 - Conduite de refoulement vers le réservoir à niveau constant

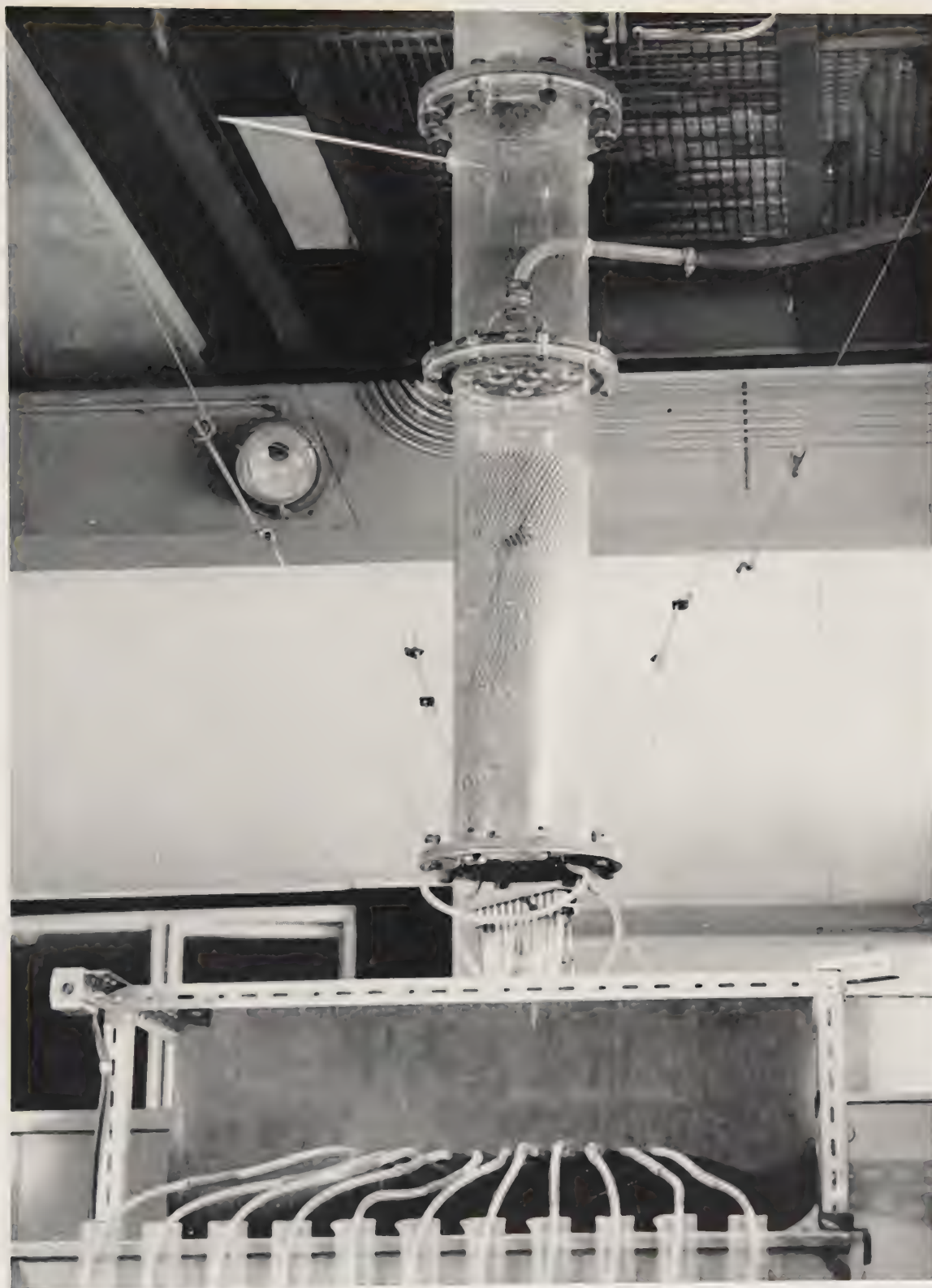


Fig. VI - 3

Vue générale de la colonne "air-eau"

B - Système d'entraînement et de mesure du débit de la phase gazeuse.

1°) Description du circuit d'air

L'air atmosphérique est aspiré à la base de la colonne dans le milieu ambiant. L'entraînement est assuré par un groupe dépresseur et surpresseur rotatif, pouvant fournir un débit de $1\ 250\ \text{m}^3/\text{h}$ pour une dépression de 1000 mm.ce.

La colonne est isolée du groupe par une cavité garnie (7 figure VI -1) jouant à la fois le rôle de dévésiculeur pour l'air aspiré, et de tampon aérodynamique devant supprimer toute pulsation de l'écoulement gazeux.

Une deuxième cavité identique à la première (8 figure VI -1), située à la sortie du groupe sert à récupérer l'huile entraînée, à atténuer le bruit et à uniformiser la température de l'air avant qu'il n'aborde la conduite d'évacuation et le diaphragme de mesure.

Le réglage du débit est assuré par le jeu de 2by-pass synchronisés, et par une vanne située sur la conduite de refoulement. La manoeuvre de ces vannes est opérée depuis le pupitre de commande par un dispositif TéléfleX. Le groupe dépresseur est solidaire d'un châssis métallique suspendu élastiquement pour éviter la transmission de vibrations mécaniques. Dans le même but, les conduites d'aspiration et de refoulement sont reliées au groupe par des raccords souples. La colonne est donc à l'abri de toute vibration transmissible par les parois, ou pulsation transmissible par le fluide.

Le débit d'air est mesuré par un diaphragme normalisé situé sur la conduite de refoulement. Un thermocouple disposé au centre de la veine d'air et relié à un potentiomètre, permet d'introduire une correction de température dans le calcul de la vitesse.

2°) Détermination de la vitesse de l'air.

C'est en fonction de la vitesse (U) que seront exprimées les diverses caractéristiques dynamiques. Sa mesure doit donc être aussi précise que possible. Nous étudierons l'influence de l'humidité de l'air et de la température.

a) Humidité. L'air est aspiré à la température ambiante : $20^\circ \pm 4^\circ\text{C}$ suivant les saisons. L'humidité relative peut varier de 40 à 80 % mais au voisinage de l'entrée de la colonne, nous n'avons

jamais observé moins de 60 %. Nous pouvons vérifier facilement que ces écarts d'humidité n'entraînent aucune variation sensible de la masse volumique de l'air (52).

Exemple : $T = 20^{\circ}\text{C}$

$$\rho_{\text{air sec}} = 1,204 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{air humide à } 60 \%} = 1,203 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{air humide à } 80 \%} = 1,202 \text{ kg/m}^3$$

A la sortie du garnissage, l'air est toujours saturé en vapeur d'eau. Sa température est alors voisine de $16^{\circ}\text{C} \pm 4^{\circ}\text{C}$ en raison de l'absorption de chaleur due à l'évaporation de l'eau dans le garnissage. On vérifie facilement que le débit d'eau évaporé est négligeable devant les débits d'arrosage pratiqués.

Au niveau du diaphragme, la température de l'air peut varier de 30°C à 45°C . La teneur en eau de cet air est pratiquement la même qu'à la sortie du garnissage, soit $13 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^3$ cela correspond aux humidités relatives suivantes :

$$\begin{array}{ll} 30^{\circ}\text{C} & \longrightarrow 40 \% \text{ d'humidité relative} \\ 45^{\circ}\text{C} & \longrightarrow 20 \% \text{ d'humidité relative.} \end{array}$$

$$\rho_{\text{air sec à } 30^{\circ}\text{C}} = 1,164 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{air sec à } 45^{\circ}\text{C}} = 1,108 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{air humide à } 40 \% \text{ à } 30^{\circ}\text{C}} = 1,159 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{air humide à } 20 \% \text{ à } 45^{\circ}\text{C}} = 1,103 \text{ kg/m}^3$$

Les écarts entre la masse volumique de l'air sec et celle de l'air humide dans les conditions extrêmes de l'expérience étant de l'ordre de 5 0/00, nous pouvons négliger l'influence de la teneur en eau.

b) Influence de la masse spécifique de l'air.

La température de l'air étant très différente à l'entrée de la colonne (indice 0) et à la sortie du diaphragme (indice 1), nous introduisons une correction sur la différence de pression fournie par ce dernier.

Ecrivons l'équation de continuité :

$$U_0 S_0 \rho_0 = U_1 S_1 \rho_1$$

ΔH étant la différence de pression lue, on a :

$$\Delta H = k U_1^2$$

$$U_0^2 = \left(\frac{S_1}{S_0}\right)^2 \left(\frac{\rho_1}{\rho_0}\right)^2 \frac{\Delta H}{k}$$
$$= \frac{k'}{k} \left(\frac{\rho_1}{\rho_0}\right)^2 \Delta H$$

si nous posons :

$$\left(\frac{\rho_1}{\rho_0}\right)^2 \Delta H = \Delta H_c.$$

il vient :

$$\Delta H_c = \frac{k}{k'} U_0^2$$

c) Calcul de U

Connaissant ΔH , T_0 , T_1 , on calcule ΔH_c d'où l'on déduit U_0 .

Importance de cette correction :

Pour une même différence de pression $\Delta H = 30 \text{ mm. ce.}$

Si $T_1 = T_0 = 20^\circ$; $U_0 = 1,88 \text{ m/sec}$ (aucune correction)

Si $T_1 = 30^\circ$; $T_0 = 20^\circ$; $U_0 = 1,82 \text{ m/sec}$

Si $T_1 = 45^\circ$; $T_0 = 20^\circ$; $U_0 = 1,69 \text{ m/sec}$

d'où la nécessité de la correction introduite.

3°) Mesure de la perte de charge.

La dépression mesurée à 60 cm environ au-dessus du plateau distributeur par une sonde de PRANDTL est égale à la perte de charge du plateau et du garnissage. Nous avons vu que pour $U < 1,8 \text{ m/s}$ on pouvait négliger la perte de charge du plateau.

C - Circuit du liquide

Un réservoir à niveau constant situé à 10 mètres du sol, fournit, compte tenu de la perte de charge introduite par les différents appareils du circuit (filtre - vannes - débitmètres), un débit maximum de $1\,350 \text{ dm}^3/\text{h.}$

Le liquide arrive dans le plateau par 9 jets répartis. Le débit devant pouvoir varier dans une zone très étendue : 30 à 1350 l/h, nous avons réalisé deux plateaux fournissant exactement la même répartition géométrique de liquide, mais couvrant des gammes de débit complémentaires (courbes de répartition figure VI -7).

En quittant le garnissage, le liquide tombe dans une trémie de réception visible au bas de la figure VI -3, d'où il s'écoule dans le réservoir principal. Une pompe le refoule alors, vers le réservoir à niveau constant. L'installation fonctionnant en circuit fermé, peut recevoir des fluides de propriétés physiques différentes. Le débit est mesuré par un débitmètre électronique "ROCHARD" et par des rotamètres "HOUEDEC". L'erreur relative sur les débits peut être estimée à 2 %. L'eau circule en permanence à température ambiante.

Pour simplifier la comparaison des résultats obtenus avec divers garnissages, nous avons normalisé les débits ci-dessous, choisis pour obtenir un espacement correct des courbes caractéristiques.

Q dm ³ /h	39, 2	78, 4	117, 6	140	235	368	470	940	1310
L kg/m ² -s	0, 25	0, 5	0, 75	0, 90	1, 50	2, 35	3	6	8, 3
N° du plateau.	N° 1				N° 2				

D - Dispositif de mesure de rétention dynamique

La tuyauterie d'alimentation de la colonne et la tuyauterie reliant la trémie au réservoir principal sont munies chacune d'une vanne à fermeture rapide synchronisées. La fermeture de ces deux vannes à un instant donné, isole le liquide contenu dans la colonne, le distributeur et la trémie. Ce liquide s'écoule dans la capacité jaugée située sous la trémie. Au bout d'un temps de collection de dix minutes (justification ultérieure), on mesure le volume de liquide recueilli : V_t . Nous connaissons pour tous les régimes la quantité de liquide V_0 correspondant à l'ensemble colonne - plateau - trémie, sans garnissage. Par différence on obtient la rétention dynamique du garnissage seul.

E - Mesure de la rétention statique.

On pèse la colonne après les dix minutes d'égouttage, connaissant son poids à sec, on obtient le poids de liquide constituant la rétention statique.

F - La face intérieure de la trémie est munie d'un hublot pour l'observation ou la photographie des écoulements sous le garnissage.

III - ETUDE DE LA REPARTITION DE L'ÉCOULEMENT DU LIQUIDE DANS UNE SECTION DROITE D'UN GARNISSAGE.

L'observation visuelle de l'écoulement au-dessous du garnissage est possible, la partie inférieure de la colonne "air-eau" étant accessible, mais cette observation est souvent insuffisante car elle peut conduire à une interprétation subjective du phénomène.

Aussi avons nous construit un dispositif permettant la mesure, et surtout la comparaison des répartitions de l'écoulement liquide, à une répartition de référence.

On trouve dans la littérature quelques études de répartition, mais la plupart sont relatives à des garnissages constitués par de solides empilés ou en vrac. De plus, les mesures sont réalisées sans contre courant d'air, ce qui simplifie évidemment beaucoup le problème, mais n'apporte en réalité aucun renseignement valable sur la distribution du liquide dans le garnissage en fonctionnement normal. Nous montrerons en effet que c'est l'écoulement de la phase gazeuse qui est principalement responsable de la distribution de la phase liquide. L'étude publiée par ELLIS, PORTER et JONES (53) sans contre courant d'air, ne fournit donc que des indications rudimentaires sur la distribution sous des garnissages multifil et hyperfil.

A notre connaissance, seul LESPINASSE (2) a étudié récemment la répartition de l'écoulement du liquide avec contre courant d'air sous un garnissage d'anneaux Raschig. Mais il s'agit d'une méthode d'échantillonnage orientée vers l'étude statistique des écoulements. De plus la colonne de section carrée utilisée, munie d'un distributeur pendulaire, relève de techniques de laboratoire. L'analyse statistique qui en résulte n'a de ce fait qu'une portée limitée à quelques applications particulières.

1°) Nécessité de la continuité : garnissage - milieu extérieur

Quelle que soit la perfection du système de mesure de répartition, encore faut-il que l'objet de cette mesure, c'est-à-dire les filets liquides ou gouttes, s'écoulant au-dessous du garnissage soient représentatifs de l'écoulement du liquide à l'intérieur de celui-ci.

Le garnissage se maintenant lui-même dans la colonne par son élasticité, nos premiers essais furent réalisés sans aucun support. Les filets liquides ainsi observés n'étaient pas représentatifs de l'écoulement : la surface inférieure du tampon n'étant ni rigoureusement plane, ni parfaitement horizontale, le liquide léchait cette surface en suivant des lignes de plus grande pente. Le liquide émergeait alors en des points préférentiels où il donnait naissance à un filet relativement gros, résultant de la collecte de l'irrigation d'une zone étendue. Pour éviter ce phénomène il fallait trouver un moyen de capter le liquide dans le garnissage, et de le canaliser dans le milieu extérieur sans perturber l'écoulement du gaz. Nous avons essayé toutes sortes de dispositifs : fils métalliques accrochés dans le garnissage et émergeant vers le bas, grilles à dents de scie à maille de petites dimensions, enfin la grille support définitive.

2°) Description de la grille support - Figure VI-4

Elle est constituée de lames minces en acier inoxydable, et sa porosité de section $\epsilon' = 93 \%$ est nettement supérieure à celle du garnissage. Cette condition est nécessaire pour que la grille ne favorise pas l'engorgement dans la section de sortie. Les mailles sont des carrés de 15 x 15 mm.

La grille est munie d'une gouttière circulaire de 1,5 mm de largeur destinée à recevoir le liquide pouvant s'écouler le long de la paroi de la colonne, afin de mettre éventuellement en évidence l'effet de paroi signalé par de nombreux auteurs, avec les garnissages constitués de solides géométriques en vrac (47) (43) (48). Cet effet s'est avéré insignifiant.

La face supérieure de la grille détermine un plan horizontal sur lequel le tampon est appliqué énergiquement pour assurer un bon contact. Si cette condition est remplie, la continuité garnissage-grille est assurée, et le liquide affluant en un point donné, est capté par la maille la plus voisine, et doit s'écouler à l'intérieur du périmètre qu'elle définit. Il quittera la grille à la verticale de la maille considérée, en raison des encoches pratiquées sur la face inférieure des lamelles et visibles sur la photographie. On peut donc considérer que l'écoulement au-dessous de la grille (Fig. VI-5) est représentatif de celui

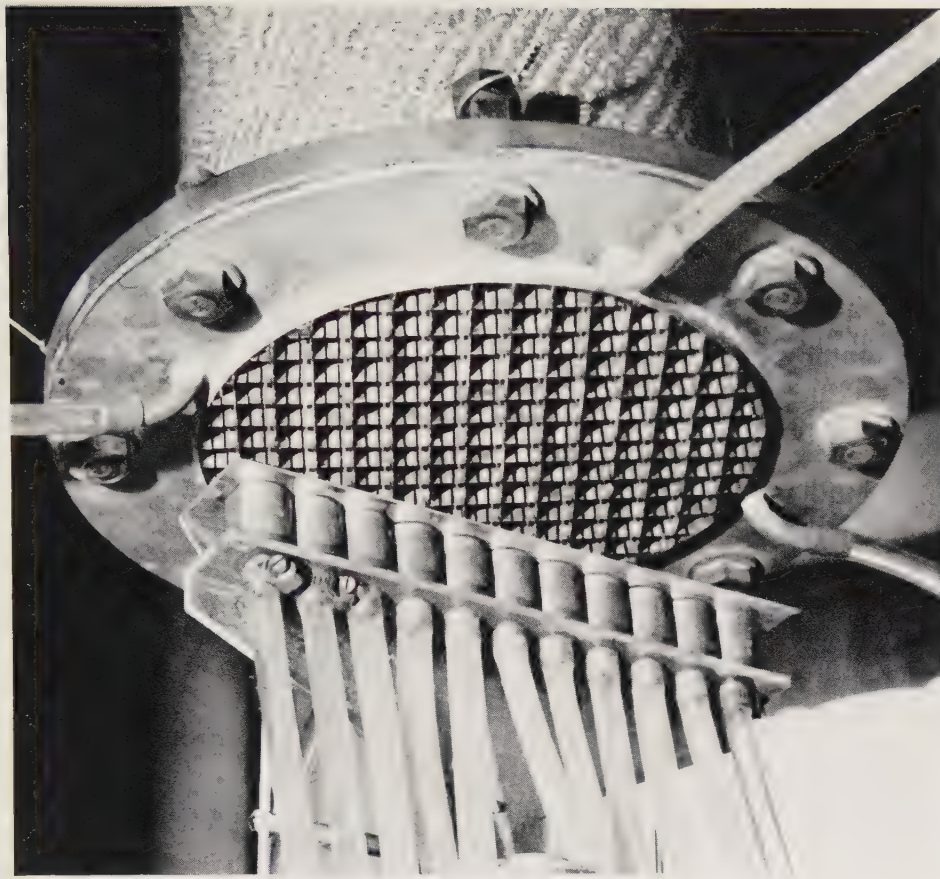


Fig. VI - 4

Grille support.

Dispositif
de prélèvement

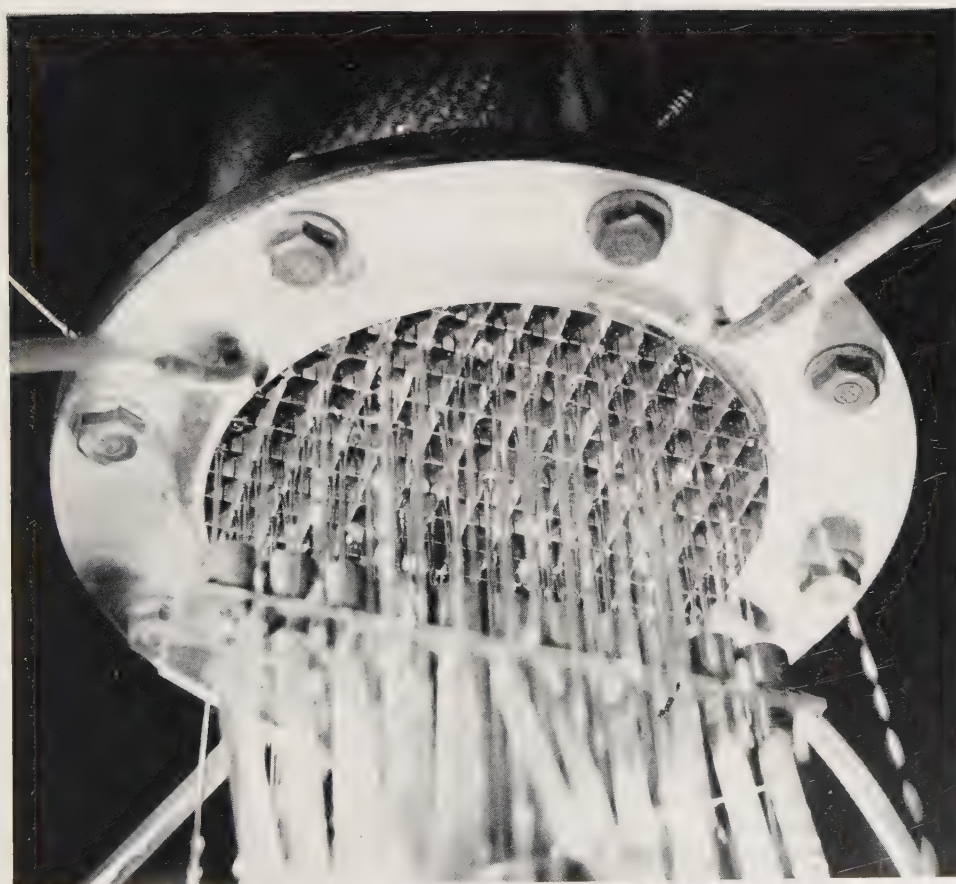


Fig VI - 5

Ecoulement du
liquide sous
le garnissage

existant dans le garnissage au niveau de la face inférieure ; il suffit maintenant de pouvoir en apprécier la répartition.

3°) Description de l'appareil de mesure de répartition du liquide

Cet appareil est constitué d'un ensemble de 11 réceptacles de forme cylindro-conique à lèvres tranchantes , contigus et alignés sur un support. Figure VI-4 et 5.

Le support est animé d'un mouvement de rotation uniforme autour d'un axe vertical confondu avec celui de la colonne. Le mouvement est assuré par un moteur à deux sens de marche, situé au-dessous de la trémie de réception du liquide n° 25 figure VI-1 et commandé à distance. Des micro-contacts de fin de course délimitent avec précision l'espace angulaire de balayage et assurent le changement de sens de rotation.

Chaque cône est relié à une éprouvette graduée qui reçoit le liquide prélevé pendant le temps d'ouverture d'un volet à bascule commun aux 11 réceptacles et permettant leur mise en service ou obturation simultanée et instantanée.

Le dispositif de prélèvement est maintenu à 5 cm au-dessous du garnissage. Cette disposition, associée à un encombrement minimum n'entraîne aucune perturbation de l'écoulement du gaz ascendant.

4°) Méthode de mesure

Les mesures de répartition n'ont d'intérêt que si le régime est permanent. On déclanche simultanément l'obturateur des cônes de réception et le mouvement de rotation du support. L'appareil décrit alors automatiquement un cycle de balayage composé d'un demi-tour dans un sens puis dans l'autre, l'ensemble revenant ainsi à sa position du départ. Les quantités de liquide lues dans chaque éprouvette sont reportées sur une fiche spéciale où l'on dessine directement la courbe moyenne de répartition. Exemple : Figure VI-20.

L'examen du dispositif montre que la symétrie de révolution est respectée, cependant en raison de leur position particulière, les deux cônes extrêmes et le cône central fournissent des indications qui doivent être pondérées. Le cône central est fixe , et les prélèvements des cônes extrêmes sont perturbés en raison de la déviation sensible des filets liquides périphériques sous l'effet du courant d'air aspiré.

5°) Remarques

Imaginons une répartition idéale de liquide : à savoir un très grand nombre de filets minuscules ou de suites de gouttes uniformément distribuées dans toute la section droite. Un tel écoulement conduirait à des quantités de liquide identiques dans chaque éprouvette, puisque le temps de séjour de chaque cône sous l'écoulement uniforme est le même.

En réalité, les filets ou gouttes constituant l'écoulement ont toujours des points de chute en nombre limité, et le plus souvent inégalement répartis. De ce fait, la quantité de liquide recueillie par les cônes constitue la valeur moyenne du liquide qui s'écoule selon une demi couronne circulaire pendant un temps fictif de collection égal sensiblement au temps pendant lequel un filet liquide localisé est capté. On remarque donc que ce temps fictif dépend de la vitesse relative du cône par rapport à la grille, donc de sa distance à l'axe de rotation du support. Une analyse complète de la répartition impliquerait le fractionnement de la section droite en secteurs circulaires d'angle au centre égaux et petits. Pratiquement on se limite à observer le remplissage des éprouvettes. Il est bon de constater qu'un cheminement préférentiel affectera beaucoup plus la mesure, près du centre, que vers la paroi, puis qu'il sera capté pendant plus longtemps. La difficulté du problème de prélèvement nous oblige pratiquement à utiliser le dispositif comme organe de comparaison entre une répartition de référence et une répartition réelle mesurée sous un garnissage. La répartition fournie par les plateaux étant déterminée géométriquement et pouvant être considérée "uniforme" bien que constituée par un nombre limité de filets, (chap. V) les courbes de la figure IV -7 seront prises comme courbes de référence. On constate que ces courbes sont pratiquement symétriques et nous savons qu'il convient de ne pas attacher d'importance aux points périphériques ^{et} au point central. La reproductibilité des résultats est satisfaisante si la répartition du liquide demeure inchangée dans le temps. C'est le cas des mesures réalisées à partir de la distribution issue d'un plateau.

Le système de balayage utilisé affecte toute la population des filets liquides. Le dispositif est donc apte, non seulement à mettre en évidence les chemins préférentiels, mais aussi à étudier leur stabilité dans le temps.



Fig. VI - 6

Régime d'engorgement complet

IV - ENCHAINEMENT DES MESURES

Il s'est avéré après les premiers essais, qu'il convenait de prendre un certain nombre de précautions pour que les résultats soient cohérents et reproductibles.

A - Conditions expérimentales

Toute chose égale d'ailleurs, les caractéristiques dynamiques dépendent non seulement de la vitesse d'air et du débit de liquide, mais aussi des conditions initiales. Nous avons été amené à respecter les conditions suivantes :

- le garnissage doit être préalablement mouillé de façon prolongée.
- Compte tenu du phénomène d'hystérésis, les diverses caractéristiques seront obtenues après un régime d'engorgement complet comparable à celui de la figure VI-6 ou, si ce régime ne peut être atteint, à partir du régime maximum réalisable. C'est généralement le cas pour $L < 0,75 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$, car nous sommes limités par l'engorgement du plateau distributeur à $U \approx 2,5 \text{ m/s}$.
- Toutes les mesures seront réalisées après un dégraissage soigné, et dans un laps de temps aussi réduit que possible pour pouvoir négliger toute incidence d'une évolution de l'état de surface, du fil.

B - Déroulement des essais.

Le mouillage préalable de la structure est activé par un régime d'engorgement, maintenu pendant au moins 10 minutes avant le réglage de la vitesse à la valeur prévue. On prolonge ensuite pendant 10 minutes le nouveau régime permanent établi. Les mesures se succèdent alors dans l'ordre suivant :

- $\Delta_1 H$ = différence de pression fournie par le diaphragme
- T_1 = température de l'air à la traversée du diaphragme
- $\Delta_2 H$ = Perte de charge du garnissage
- Répartition du liquide sous le garnissage.
- V_t = Volume total de liquide retenu

On calcule ensuite : $\Delta_1 H_c$; $U, \Delta H/Z, \beta_d$,
puis on procède à une nouvelle mesure.

Vitesse de l'air				Perte de charge		Rétention dynamique				Observations	
T ₁	$\Delta_1 H$	$\Delta_1 H_c$	U	ΔH	$\Delta H/Z$	V _r	V _o	V _d	β_d	répartition n° de la courbe	régime d'écoulement
°C	mmce		m/s	mmce	mmce/m	dm ³		dm ³	%		
42	53	44,3	2,28	332	460	8,8	1,3	7,5	25		egc
43	32,8	27,2	1,8	102	142	4,95	1,1	3,85	13	n°1	
42	52	43,5	2,26	335	465						egc
42	25,6	21,5	1,6	79	110	4,7	1,1	3,6	12		
43	53	44	2,28	340	473						egc
43	19,8	16,3	1,4	62	86	4,5	1,1	3,4	11,4		
44	56	46	2,36	342	475						egc
44	14,8	12,1	1,2	48	67	4,5	1,1	3,4	11,4	n°2	
42	52	43,5	2,26	328	456						egc
41	10,2	8,5	1	32	44	4,4	1,1	3,3	11,1		
41	6,5	5,4	0,8	21	30	4,35	1,1	3,25	10,9	n°3	
40	39,9	33,7	2	134	186	5,3	1,3	4	13,3		
39	32	27,2	1,9	113	157	4,9	1,1	3,75	12,6		
39	35,8	30,4	1,8	104	145	4,85	1,1	3,8	12,75		

Voir Fig VI.8

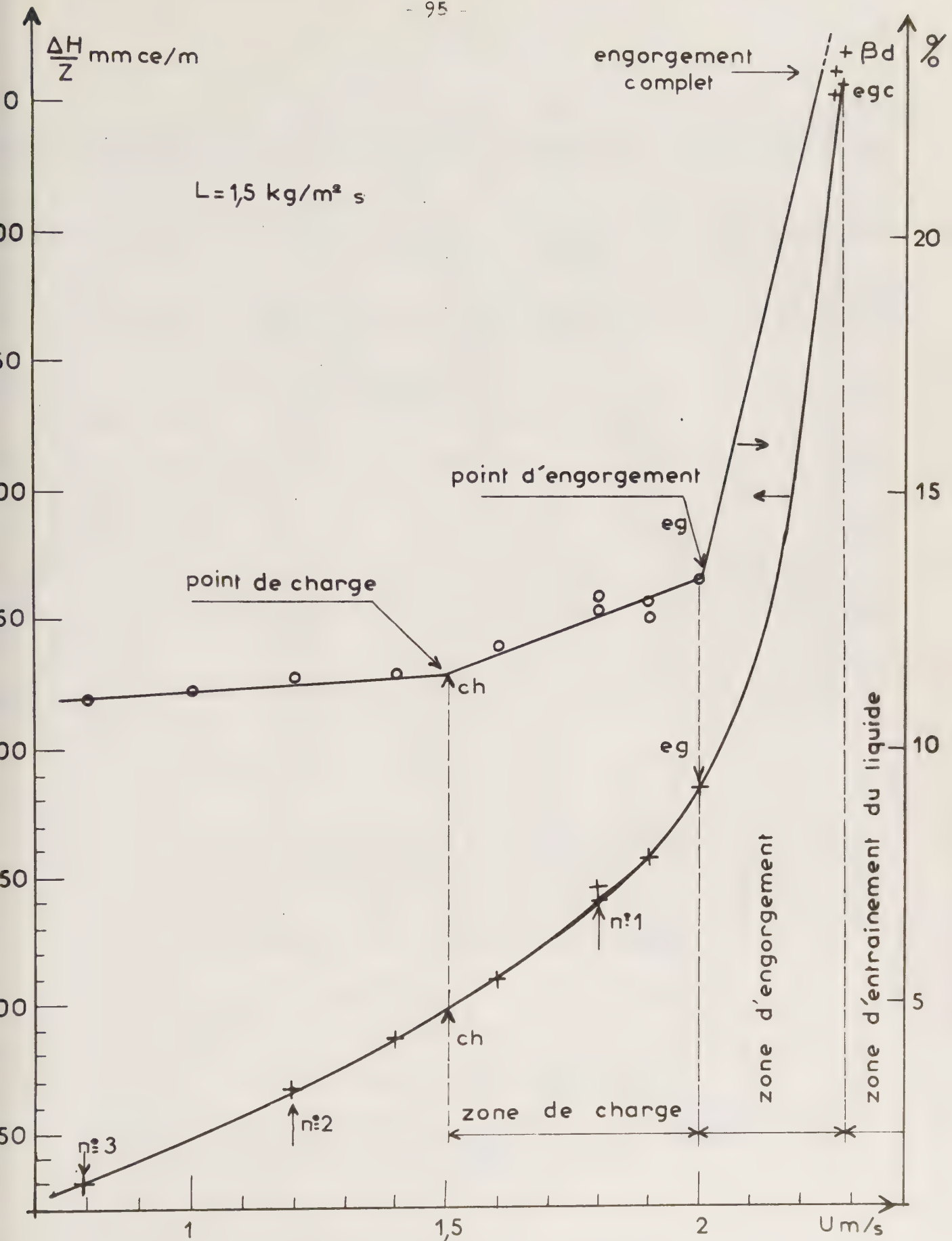
Voir
Fig VI.9

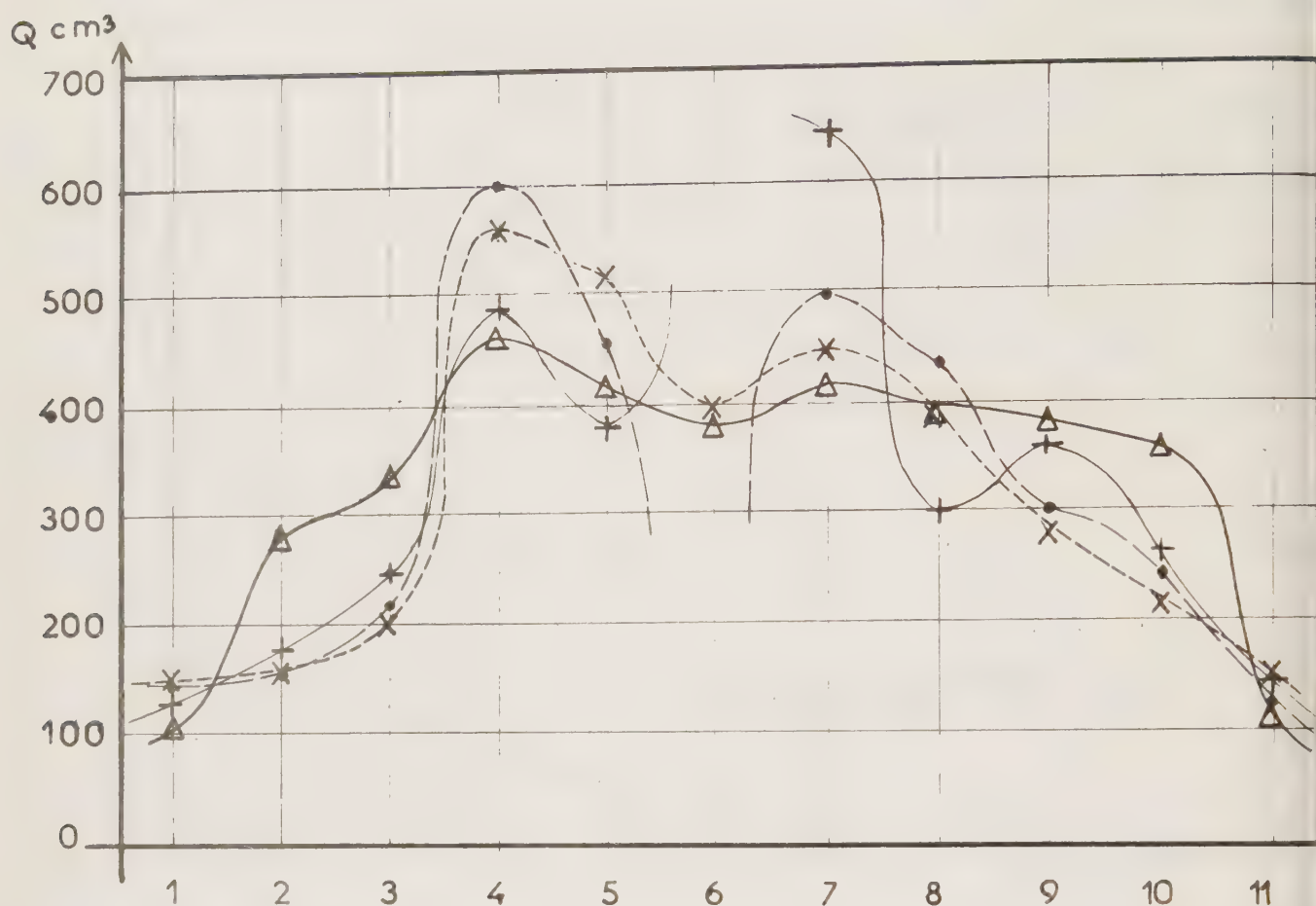
e - g - c - = engorgement complet.

Garnissage Multiknit type E ; L = 1,5 kg/m²s

Tableau de mesure et de calcul de la vitesse, la perte de charge
et la rétention dynamique.

Tableau VI -7-





- + Courbe n° 1 $U = 1,8 \text{ m/s}$
 • " n° 2 $U = 1,2 \text{ m/s}$
 x " n° 3 $U = 0,8 \text{ m/s}$
 Δ Courbe de référence du plateau distributeur

Garnissage Type E $L = 1,5 \text{ Kg/m}^2\text{s}$
 $Z = 0,720 \text{ m}$

Courbes de répartition du liquide.

Fig. VI -9-

Nous décrivons à titre d'exemple l'essai d'un garnissage cloisonné type E, pour le débit $L = 1,5 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$, et $Z = 0,720 \text{ m}$. Les résultats sont reportés sur le tableau VI -7.

Les courbes de répartition sont généralement relevées pour 3 régimes correspondant respectivement à un point de la zone de charge, un point pour $U \simeq U_{ch}$ et un point à faible vitesse.

Nous avons reporté sur un même graphique les courbes de perte de charge et de rétention pour montrer la correspondance entre leurs points singuliers que nous appellerons :

ch : point de charge.

eg : point de début d'engorgement.

egc : point d'engorgement complet.

Ce dernier correspond au régime d'écoulement de la photographie VI -6 et amorce la zone d'entraînement du liquide par le courant gazeux.

Les courbes de répartition sont relatives aux vitesses de 1,8-1,2 et 0,8 m/s . Le liquide manifeste une légère tendance à s'écouler dans la zone centrale (à l'exclusion du centre). Le phénomène est d'autant plus marqué que U est grand. Voir figure VI -9.

On n'observe jamais d'écoulement préférentiel du liquide le long de la paroi.

V - RESULTATS EXPERIMENTAUX.

Nous avons groupé ici les résultats obtenus avec les principaux garnissages étudiés, ainsi que les observations liées à l'écoulement du liquide sous le garnissage. Ces résultats seront donnés sous la forme de réseaux de courbes en fonction de la vitesse dans la colonne supposée vide; le débit d'arrosage : L exprimé en $\text{kg/m}^2 \cdot \text{s}$ étant un paramètre de valeur fixe sur chaque courbe.

1°) Répertoire des courbes.

Type de garnissage	A	E	F	C
Courbe de perte de charge	10	$\begin{cases} 12 \\ 12' \end{cases}$	14	16
Courbe de rétention	11	13	15	17

Les courbes de perte de charge données pour $L = 0$ sont relatives à un garnissage humide.

Les courbes de perte de charge à sec ont été étudiées en soufflerie ; se reporter à la figure III -2.

2°) Observations relatives à la répartition du liquide

a) Garnissage A_1

Cet essai correspond au montage initial des garnissages dans la colonne à distiller. La distribution est assurée en 7 points répar-tis dans la section droite.

Le liquide s'écoule selon un nombre très réduit de gros filets distribués au hasard, mais stables. Toute mesure de répartition est illusoire. Nous remarquons simplement que le liquide apparaît toujours aux mêmes endroits. Nous avons observé ces écoulements pour différentes hauteurs de garnissage, en faisant varier le nombre de tam-pous de 5 à 1. Pour un empilement donné, on peut accéder à la réparti-tion spatiale des écoulements, à partir des observations réalisées dans diverses sections droites. On constate qu'il peut se produire des regrou-pements de filets, ou au contraire des dispersions. On comprend alors que la perte de charge puisse être faible, mais cela explique aussi que l'efficacité soit médiocre . (Chapitre VII : premiers essais). Ce garnis-sage n'a donc aucun caractère autodistributeur mais présente des chemins préférentiels très nets dans toute la hauteur garnie.

b) Garnissage A_2

La distribution est fournie par les plateaux n°1 et 2. Les chemins préférentiels n'apparaissent pas avant le 3ème tampon traversé, mais pour $Z = 0,29$ m l'écoulement peut être très variable. La figure VI -18 donne l'exemple d'une anomalie fréquemment observée : la répar-tition de l'écoulement n'est pas asymétrique.

c) Garnissage D

Ce garnissage de transition n'a pas été étudié complètement, car la bande continue d'aluminium ou de cuivre constituant son cloisonnement rendait la préparation délicate. La réalisation de ces garnissages nous a montré l'inaptitude de l'ancienne bande gaufrée à constituer des couches équidistantes (Voir figure II-6).

Le matériau conserve cependant très bien la distribution qui lui est appliquée, comme le montre la figure VI-19. Cette qualité essentielle nous a conduit à modifier la bande de cloisonnement.

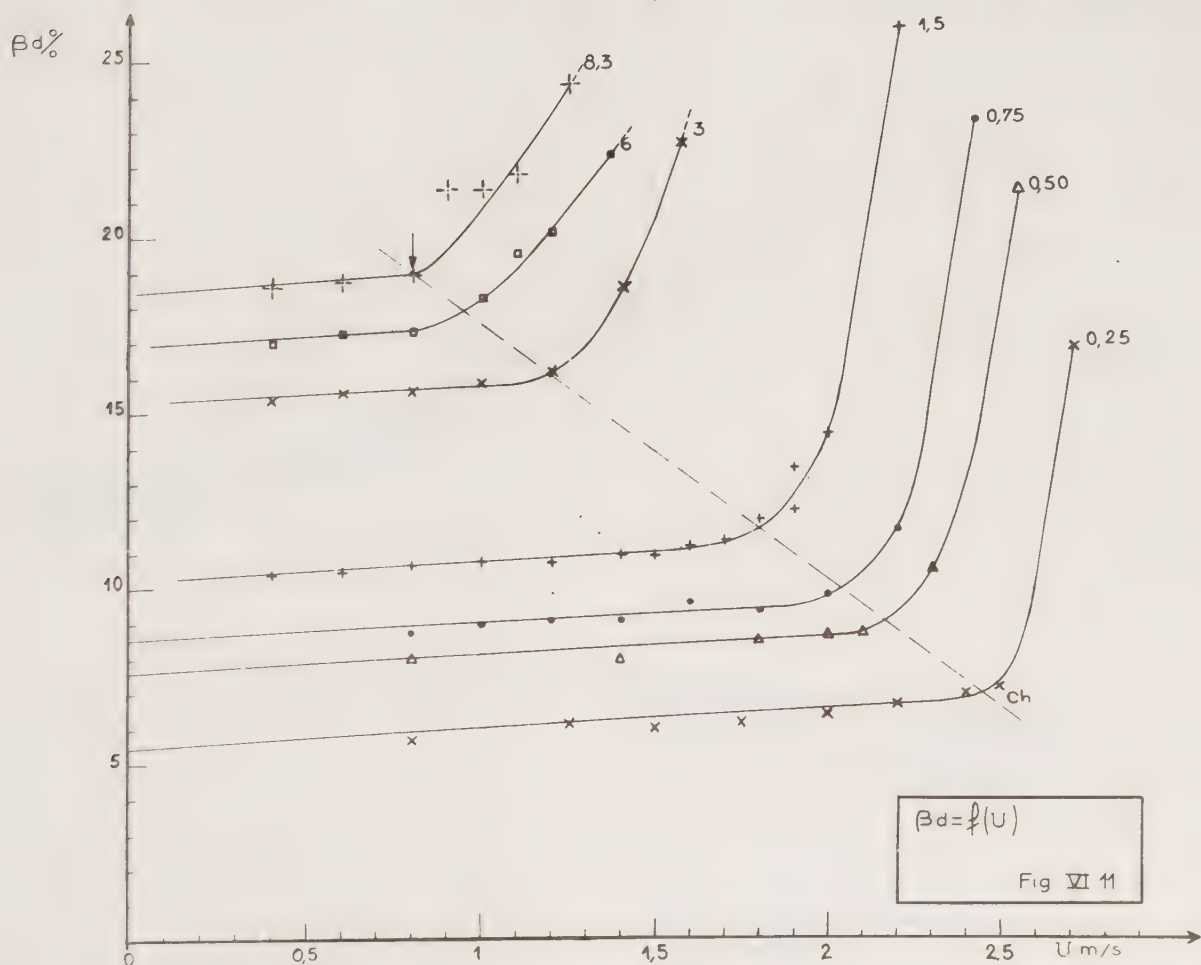
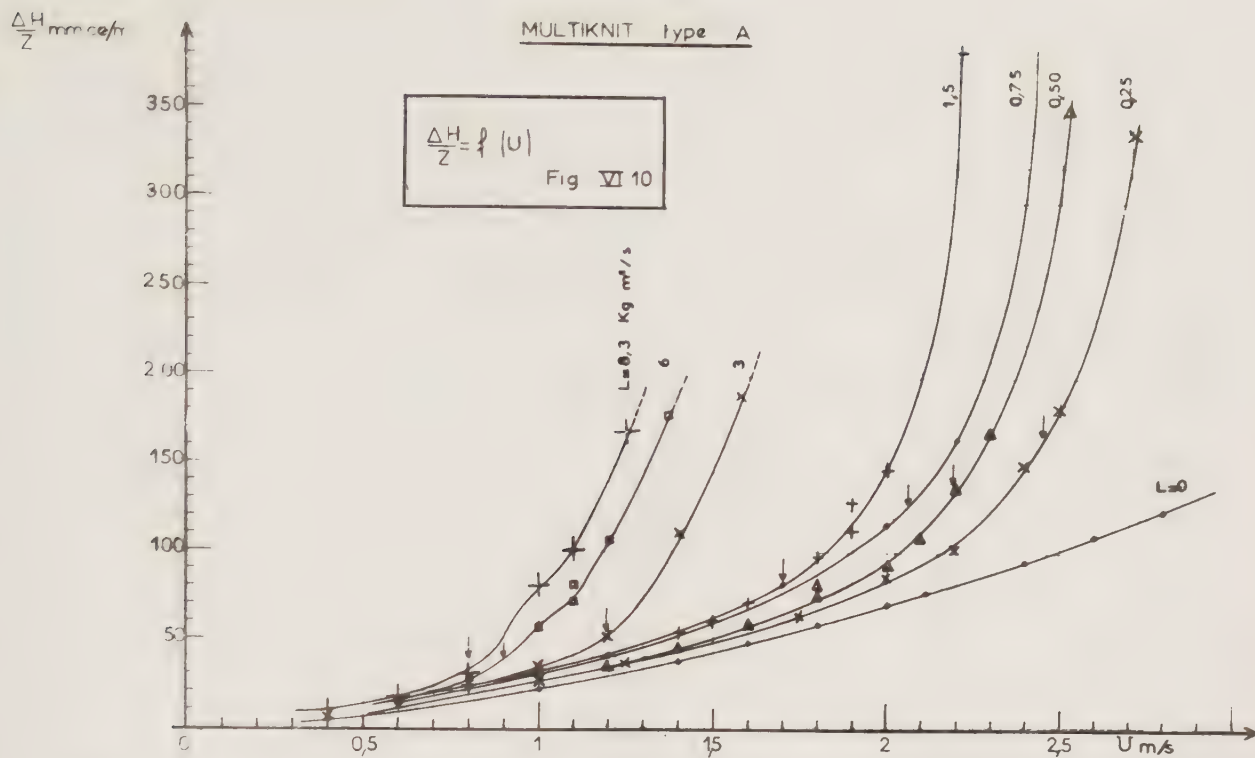
d) Garnissage E

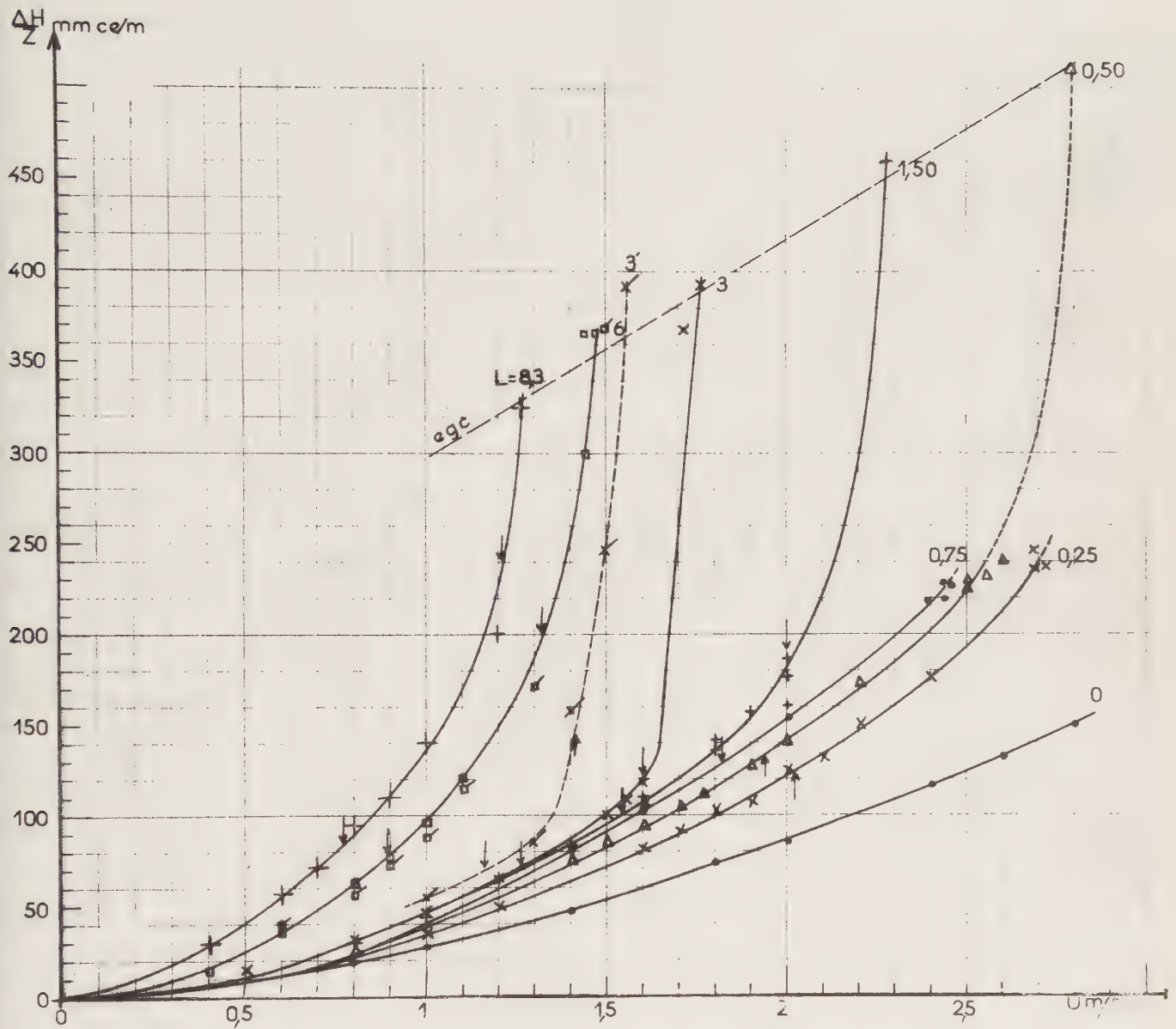
Tous nos essais en colonne "air-eau" sont relatifs à un cloisonnement en toile métallique n° 50. Le régime d'engorgement complet est obtenu sans difficulté, et se développe à partir du bas de l'élément garni. Pour $U = 0$, le liquide est très bien réparti, quel que soit le débit d'arrosage. Pour le régime d'engorgement complet, le liquide s'écoule dans la zone centrale, mais pour $U < U_{eg}$ la répartition est acceptable.

La figure VI-20 montre l'évolution de la répartition avec la vitesse de l'air, pour un débit $L = 1,5 \text{ kg/m}^2.\text{s}$. La courbe de répartition fournie par le plateau est donnée à titre de comparaison.

e) Garnissage F

La répartition qui est satisfaisante pour $U = 0$ se détériore pour des vitesses relativement faibles. Le régime d'engorgement complet est pratiquement impossible à atteindre. L'engorgement se développe à partir d'une section droite située le plus souvent dans la partie supérieure du tronçon garni.

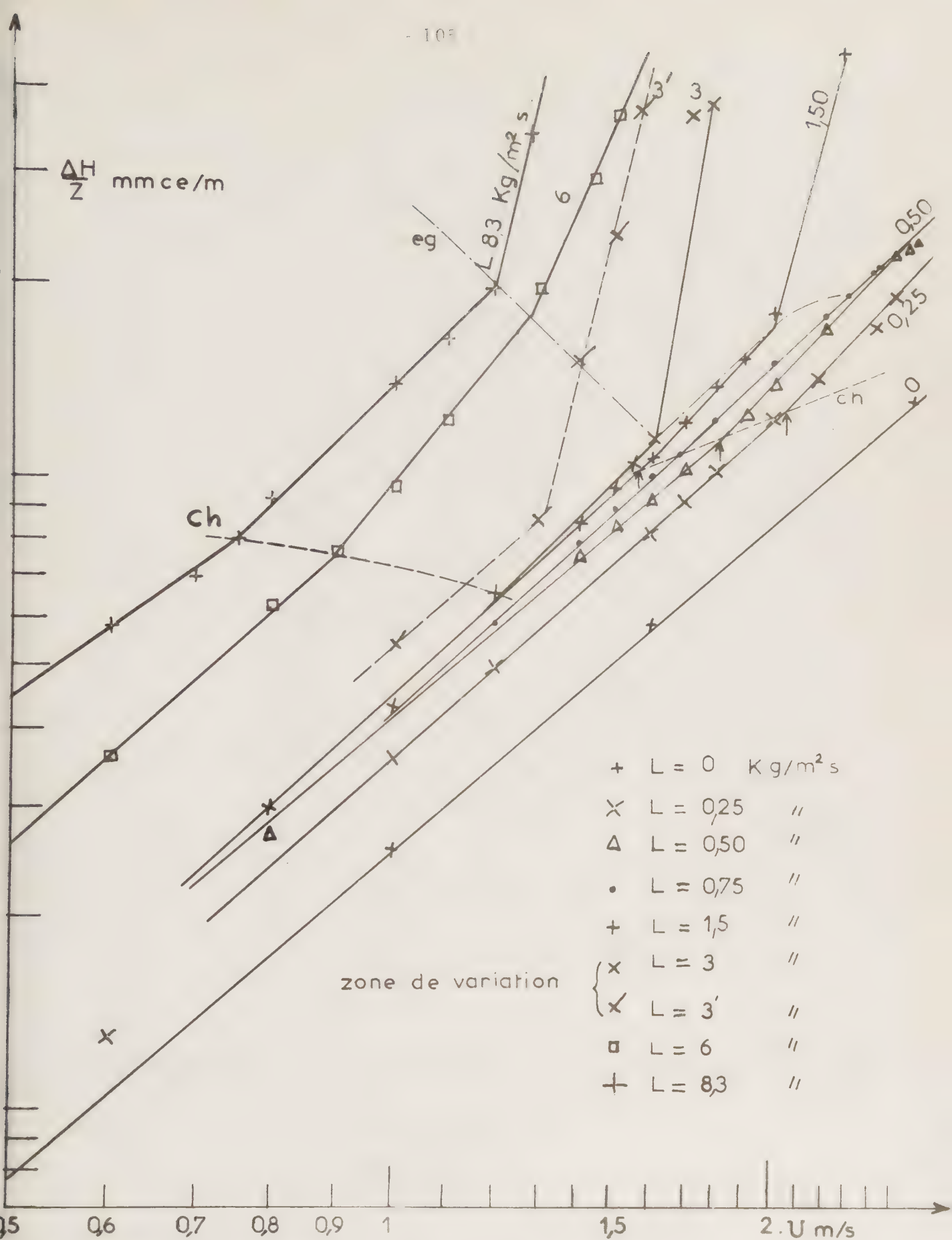


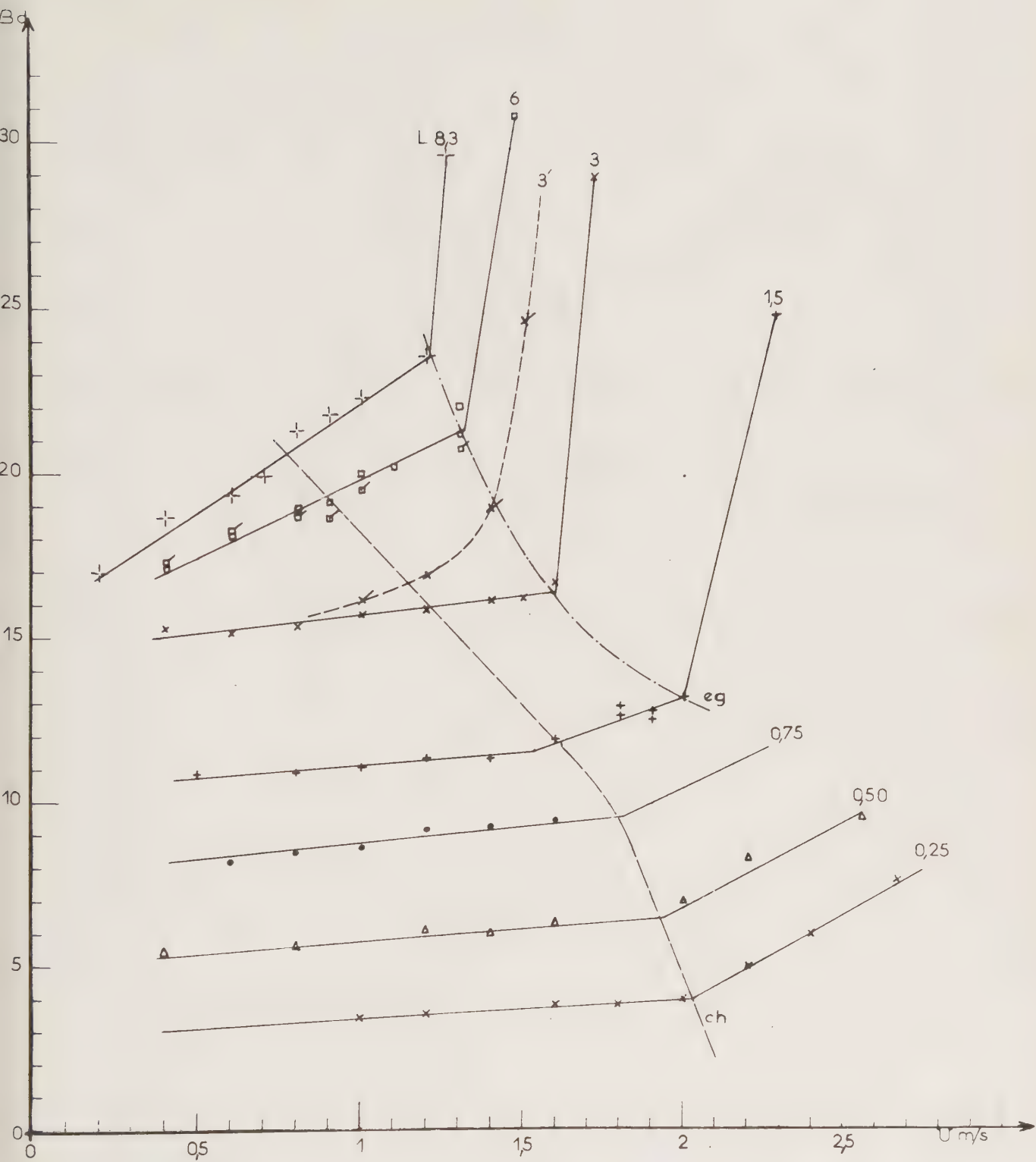


MULTIKNIT type E

$$\Delta H/Z = f(UL)$$

Fig VI 12

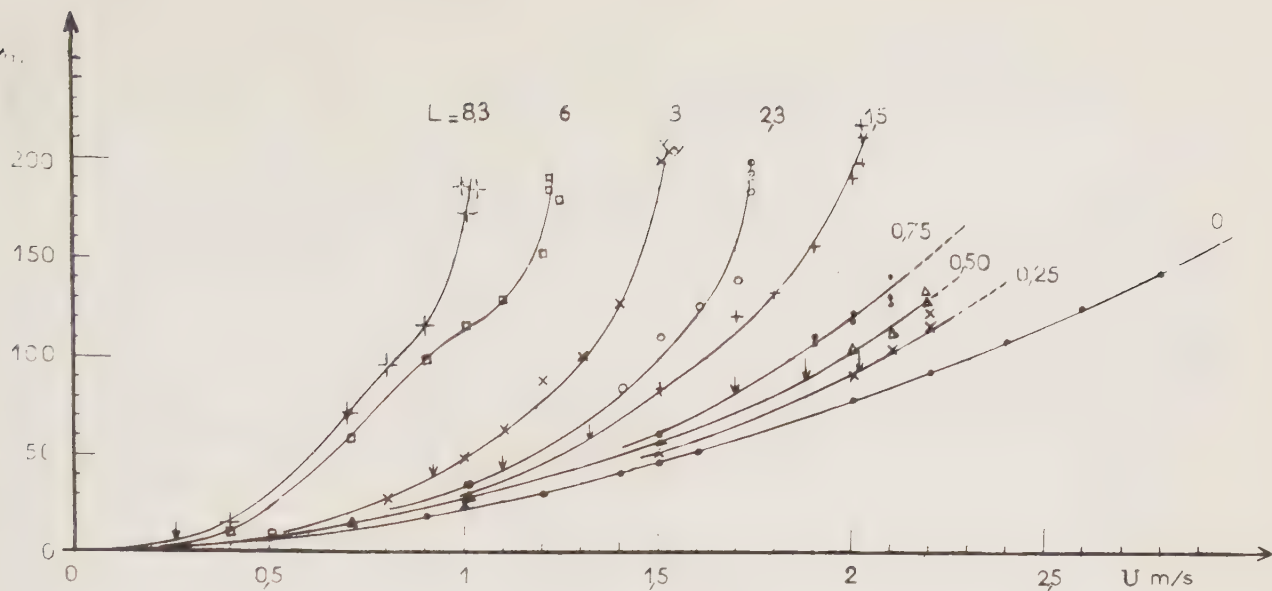




MULTIKNIT TYPE E

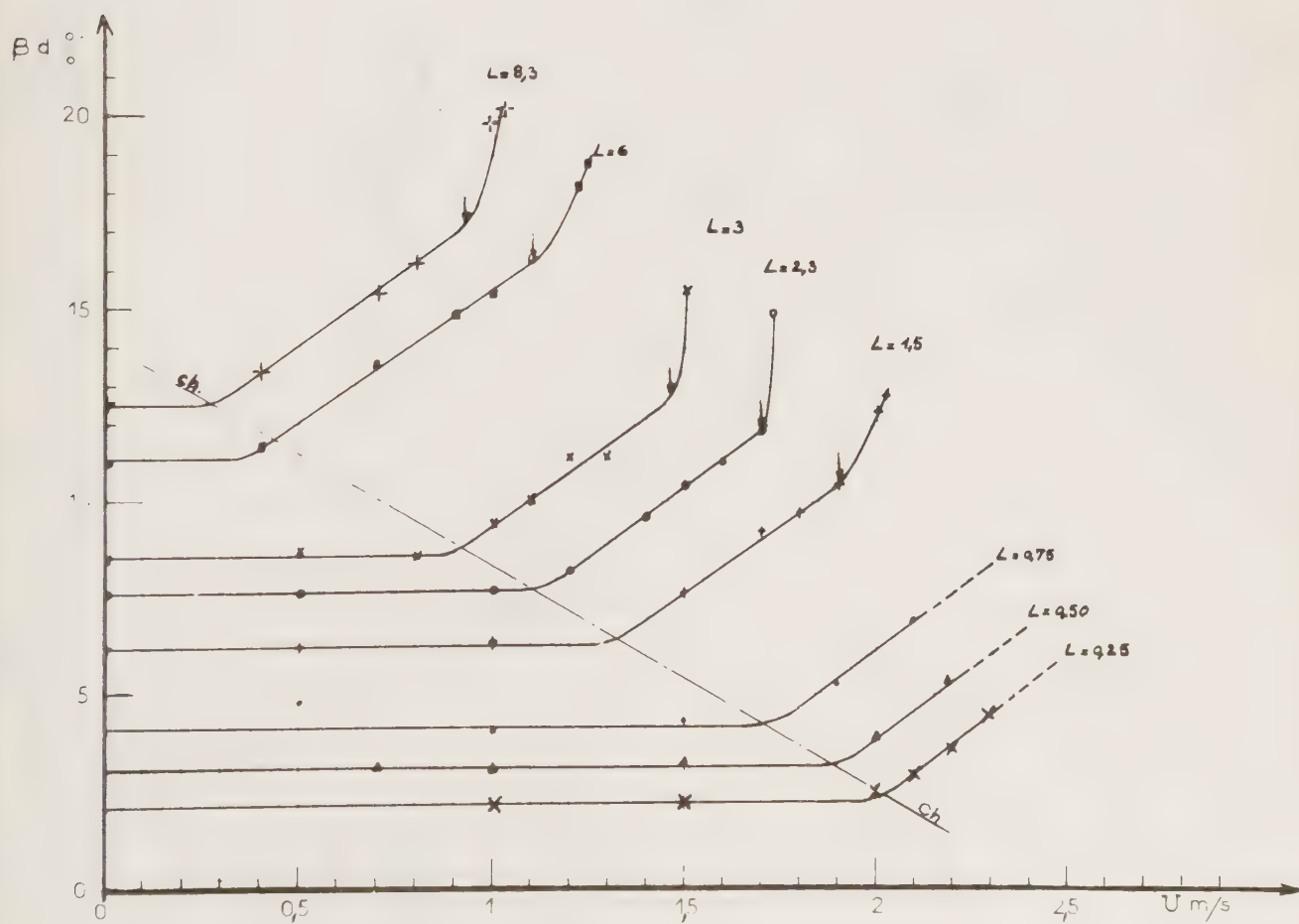
$$\beta_d = f(U)$$

Fig VI 13



MULTIKNIT type F $\Delta H/Z = f(U, L)$

Fig VI 14



MULTIKNIT type F $\beta_d = f(U, L)$

Fig VI 15

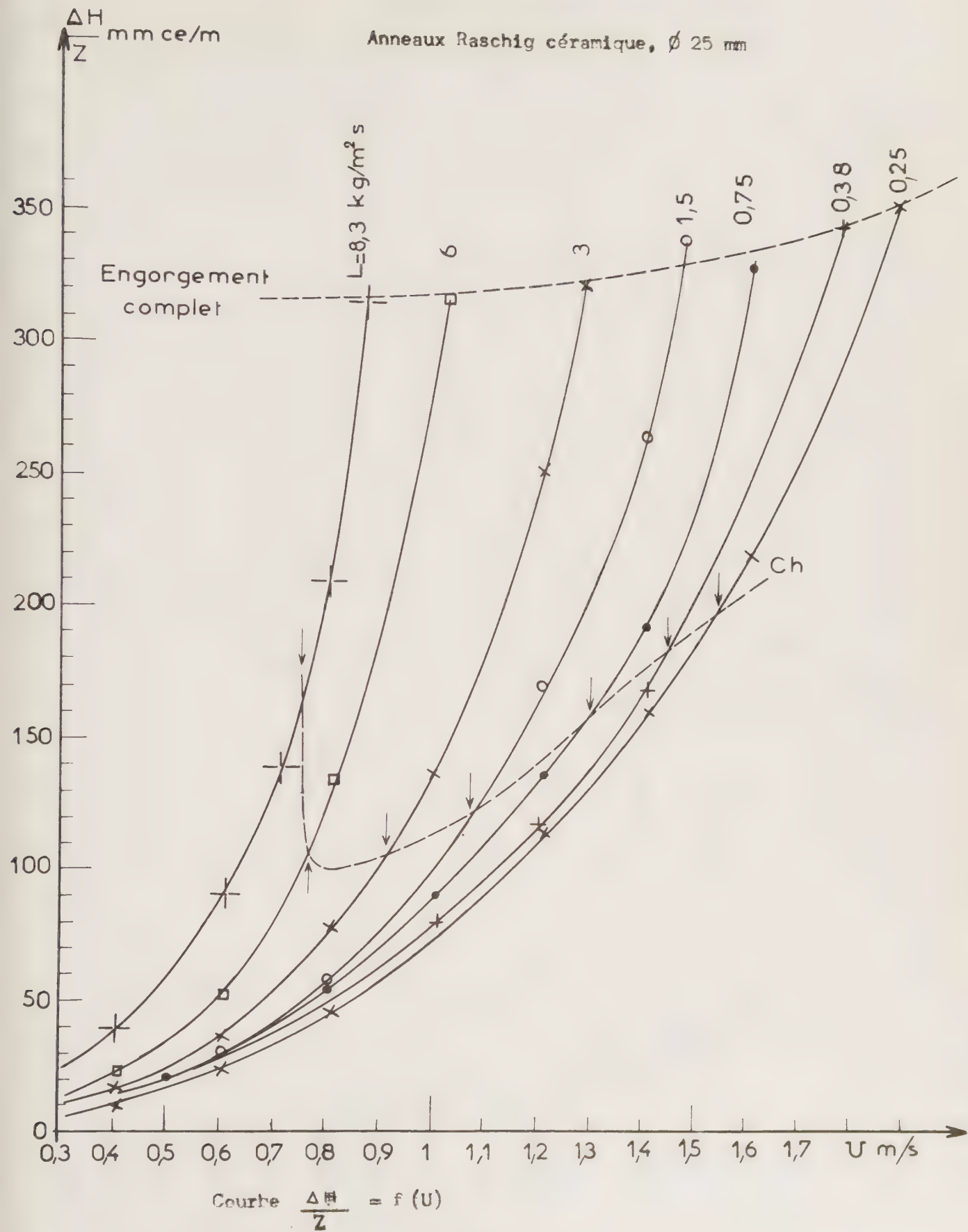


Fig. VI -16-

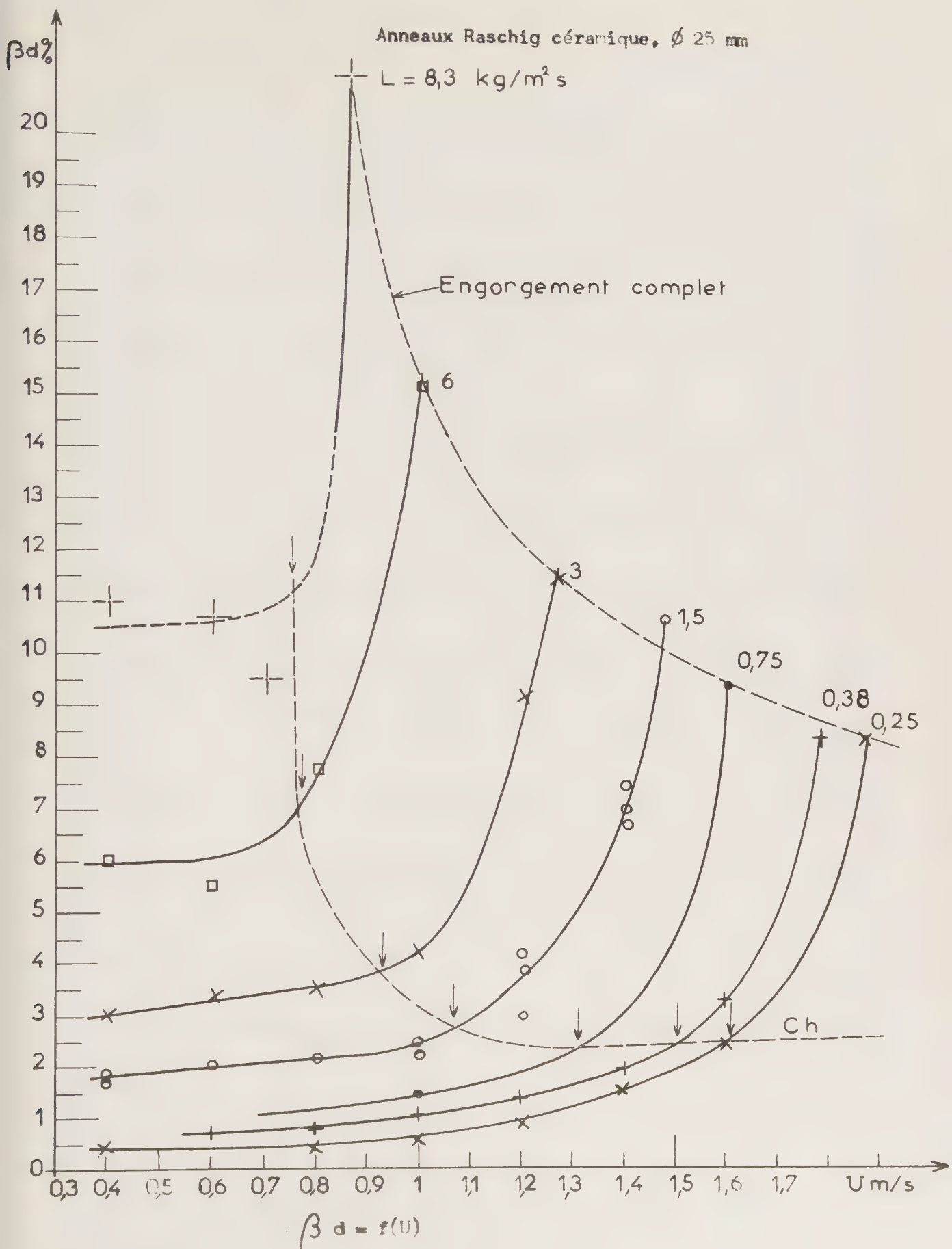
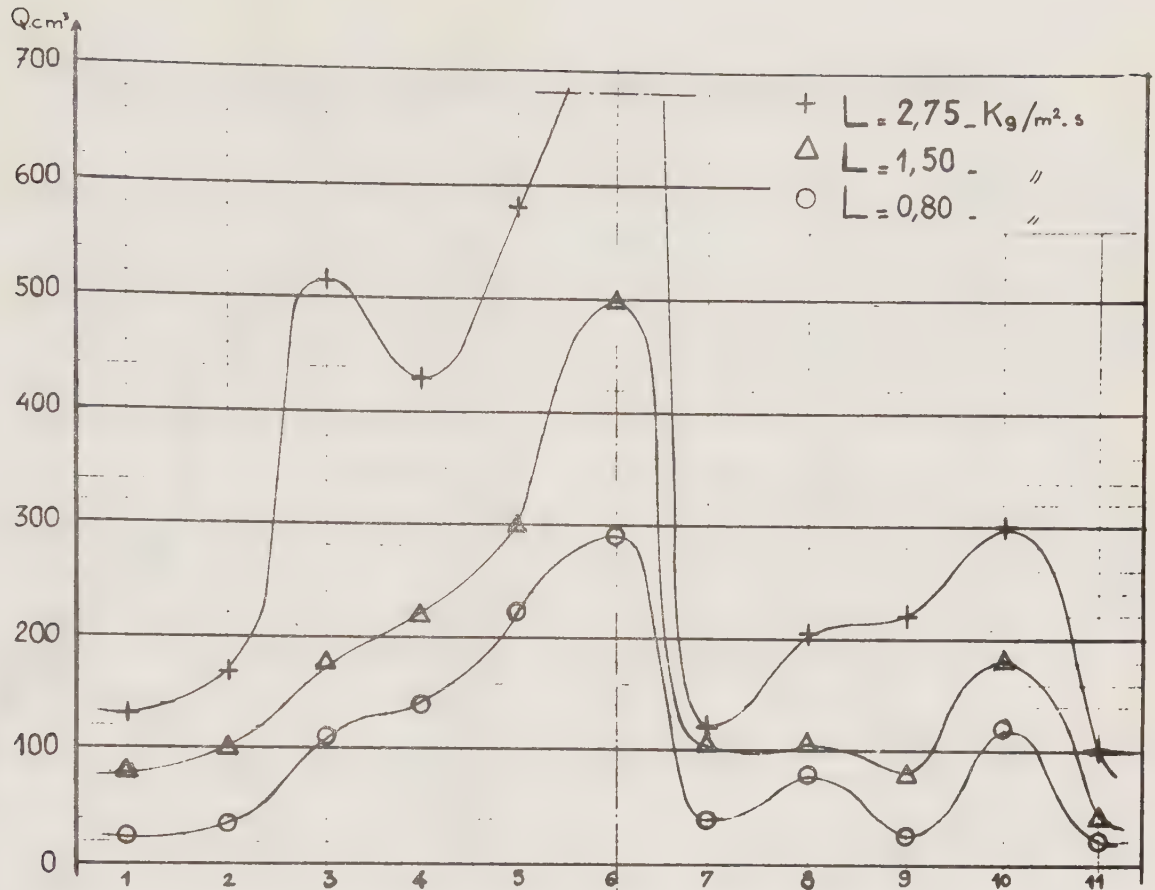
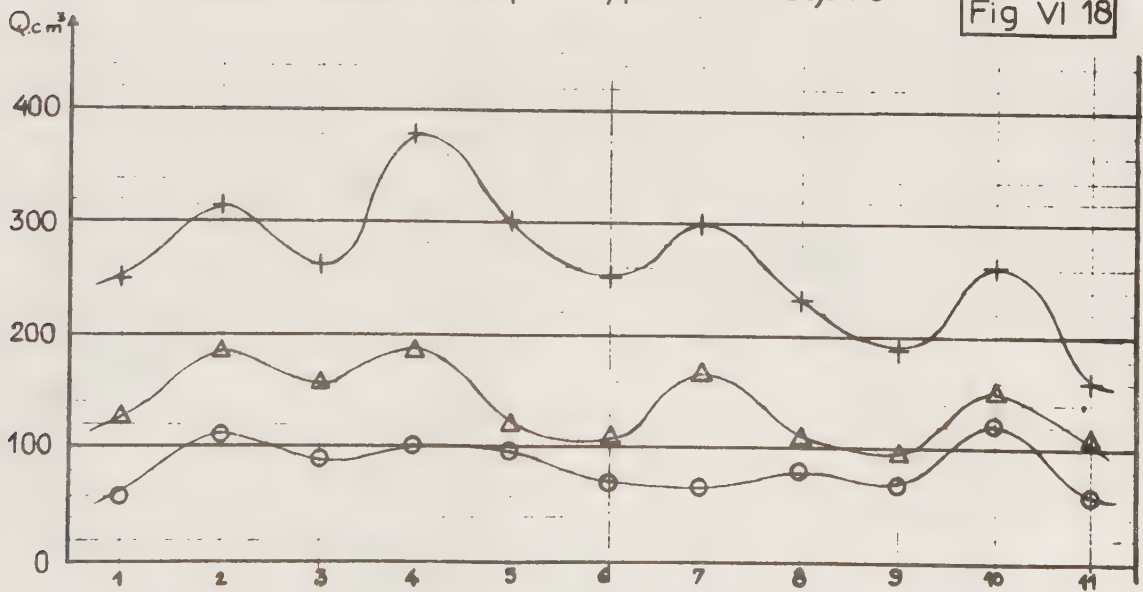


Fig. VI -17-



MULTIKNIT simple type A $Z=0,290$

Fig VI 18



MULTIKNIT cloisonné type D

Répartition du liquide sous le garnissage

Fig VI 19

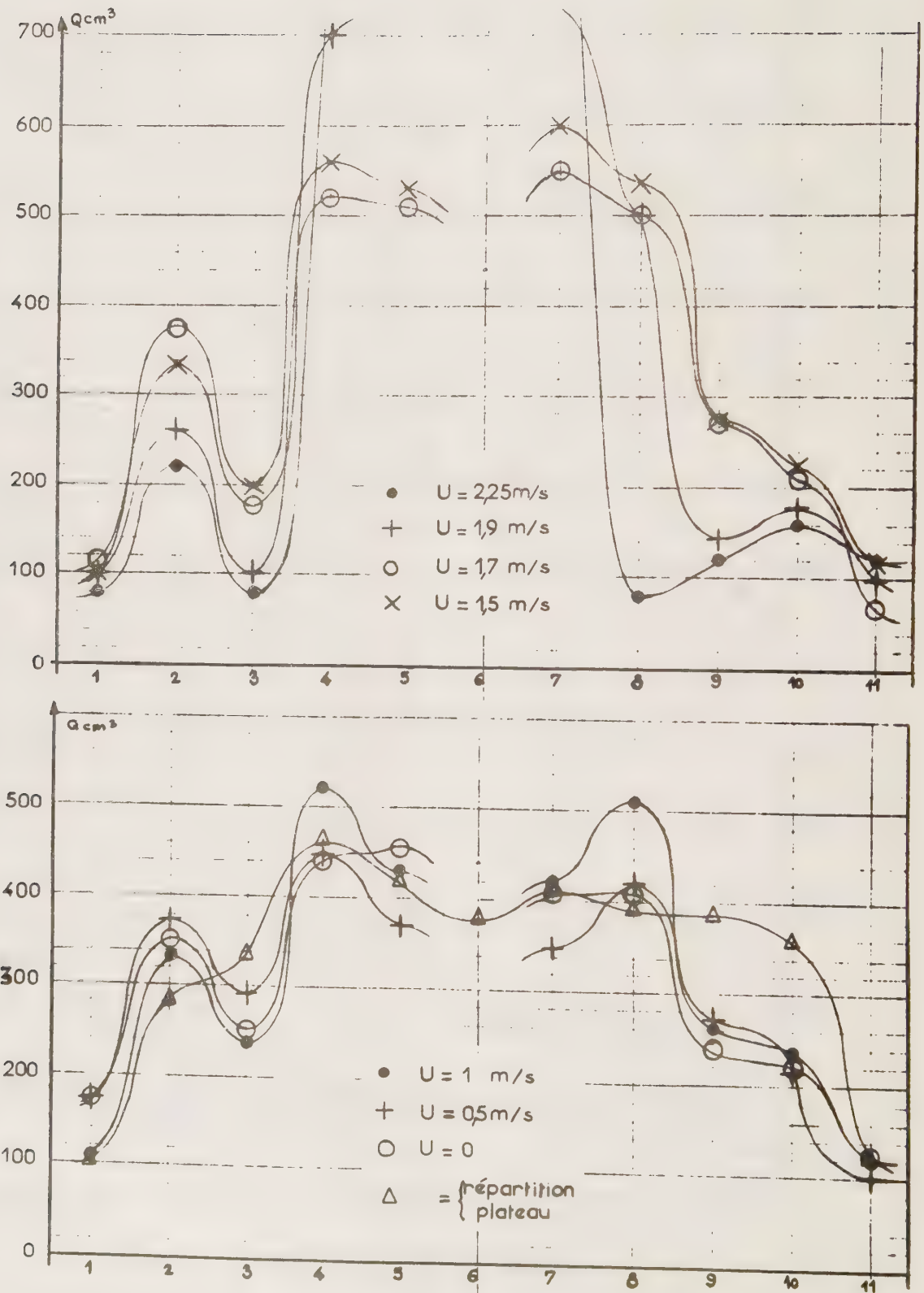


Fig VI 20

VI - RETENTION DYNAMIQUE ET PERTE DE CHARGE

La mesure simultanée de la perte de charge et de la rétention permet d'établir la correspondance précise des points singuliers des graphes de ces deux fonctions. De nombreux systèmes de représentation de la perte de charge ont été proposés (14-15-70), nous utiliserons la représentation en coordonnées décimales et en coordonnées logarithmiques pour situer avec plus de précision les points de charge et d'engorgement. Ils sont alors généralement caractérisés par des cassures franches du graphe (Figure VI-12).

JESSER et EGIN (76) ont étudié la rétention des solides en vrac sans contre-courant d'air, et montré l'influence des caractéristiques physiques des fluides. Leurs résultats sont seulement valables pour les faibles vitesses correspondant à la zone dans laquelle la rétention est pratiquement constante : $(U \leq U_{ch})$; cependant, dans ces conditions, le mouillage du garnissage est imparfait et conduit à des valeurs de la rétention probablement trop faibles.

SHULMAN, ULLRICH et WELLS (77) ont mesuré les rétentions statique et totale de nombreux garnissages d'anneaux ou selles de matières différentes. La colonne étant disposée en permanence sur le fléau d'une balance, ce dispositif se prête à l'étude cinétique du phénomène. Ces auteurs ont montré l'intérêt d'établir un mouillage préalable à toute mesure.

FENSKE, TONGBERG et QUIGGLE (29) signalent l'importance de la rétention pour les opérations de distillation discontinue. Le liquide en rétention constituerait une masse improductive qui augmente le volume des queues de distillation, et des produits intermédiaires.

Nous citerons encore les travaux de FURNAS et BELLINGER (70) qui relient les coefficients d'absorption à la rétention dynamique, et les travaux de WHITE et OTMER (67) qui ont mesuré la rétention des garnissages Stedman avec de l'eau.

1°) Temps de collection

Après avoir vérifié qu'il convenait bien à notre garnissage, nous avons adopté le temps de collection de 10 mn utilisé par de nombreux auteurs (76) (67) (2).

La figure VI-21 montre que la quantité d'eau recueillie, pour divers régimes, est, au delà de 10 minutes, pratiquement indépendante du régime hydrodynamique. C'est la rétention statique. Elle dépend de la structure du garnissage, de l'état de surface, et de ses propriétés physiques du liquide.

2°) Justification physique des anomalies des courbes de perte de charge et de rétention

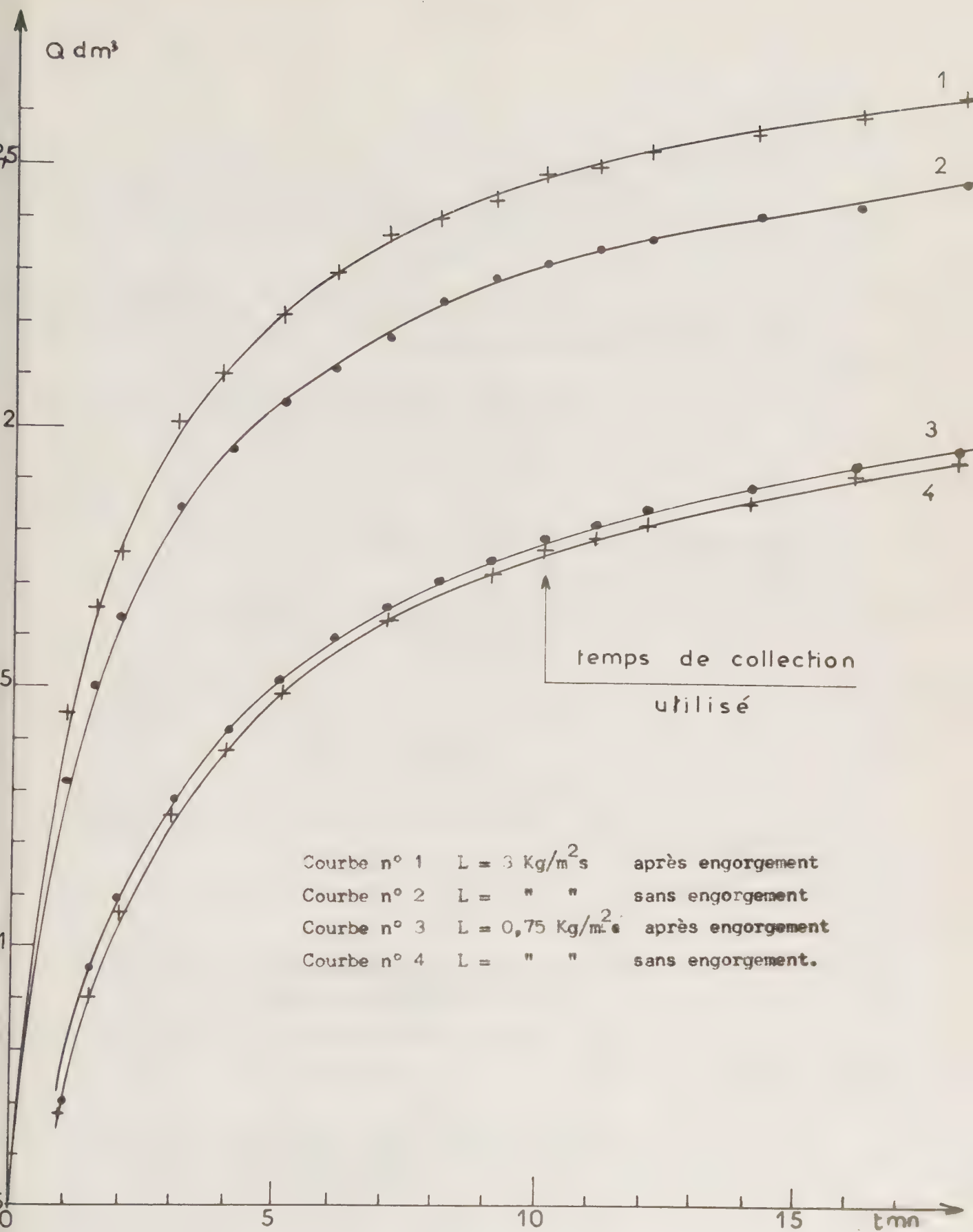
Nous allons suivre l'évolution du phénomène en augmentant progressivement U pour un débit d'arrosage constant et un garnissage préalablement mouillé.

Aux faibles vitesses, les canaux formés par les ondulations de la bande gaufrée sont libres, et l'air n'y rencontre aucun obstacle, la perte de charge présente une allure parabolique. La rétention n'augmente que très faiblement sous le seul effet des forces de frottement liées à la vitesse relative gaz-film liquide.

Au delà de U_{ch} , le changement d'allure est d'autant plus accusé que les canaux sont identiques et bien définis. Pour les garnissages type A par exemple, Figure VI-13, cette zone n'apparaît pas clairement, alors que pour les garnissages E, figure 15, la cassure est très nette pour $L < 3 \text{ kg/m}^2$. Nous étudierons ce phénomène particulier au paragraphe suivant. On peut penser que pour $U = U_{ch}$ il se produit un changement de régime d'écoulement du gaz. On observe très bien, au voisinage de U_{ch} , un mouvement pulsé de l'écoulement du gaz, et un mouvement saccadé des bulles qui se forment dans certains canaux. Ces bulles sont visibles sur la figure V-4. De nombreux auteurs ont signalé la formation de rides ou vagues dans les écoulements sous forme de films (1) (11). KAISER (12) a étudié ces phénomènes de façon théorique en se référant à leur origine vibratoire. Quelle que soit leur cause profonde, ils provoquent inévitablement une réduction de la section moyenne de passage du gaz. L'augmentation de ΔH et β_d est donc justifiée. Le changement d'allure des courbes est accentué par le fait que l'on ne tient aucun compte de la réduction de section libre : U est la vitesse moyenne dans la colonne supposée vide.

Si U augmente, la rétention devient bientôt suffisante pour que le liquide occupe entièrement l'espace libre de la micro-structure. Le liquide envahit alors progressivement l'espace réservé au gaz, et certains canaux s'engorgent, en commençant par ceux de section réduite. La vitesse dans les canaux encore libres augmente en proportion inverse de leur nombre. On comprend alors que la perte de charge et la rétention marquent une montée brutale définissant le point de début d'engorgement : eg.

Si U dépasse U_{eg} , on arrive généralement à l'engorgement complet : egc. Il peut se produire pour certains garnissages (Type A) un retard à l'engorgement, et l'on peut alors observer : $U_{egc} < U_{eg}$ (voir figure VI-29).



Remarque

De même que l'accès au régime de fluidisation d'un lit de particules solides implique une bonne homogénéité granulométrique l'obtention d'un régime d'engorgement complet implique une bonne uniformité de la structure du garnissage.

L'apparition et le développement du régime d'engorgement caractérisent donc une distribution uniforme du liquide, de la vapeur, et de la structure matérielle dans le volume garni.

3') Rétention dynamique des garnissages E et F aux points de charge et d'engorgement

A partir des courbes Fig. VI-12-13-14-15, on peut tracer les courbes $\beta_{d_{ch}}$ et $\beta_{d_{eg}} = f(L)$ voir Fig. VI-22.

Pour L inférieur à 2 kg/m² s environ, le graphe en coordonnées logarithmiques est une droite.

Exprimons son équation :

$$\begin{aligned} \text{Garnissage E : Pour } L < 1,8 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s} \\ \beta_{d_{ch}} = 2,1 L^{0,64} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Garnissage F : Pour } L < 2 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s} \\ \beta_{d_{ch}} = 1,3 L^{0,59} \end{aligned}$$

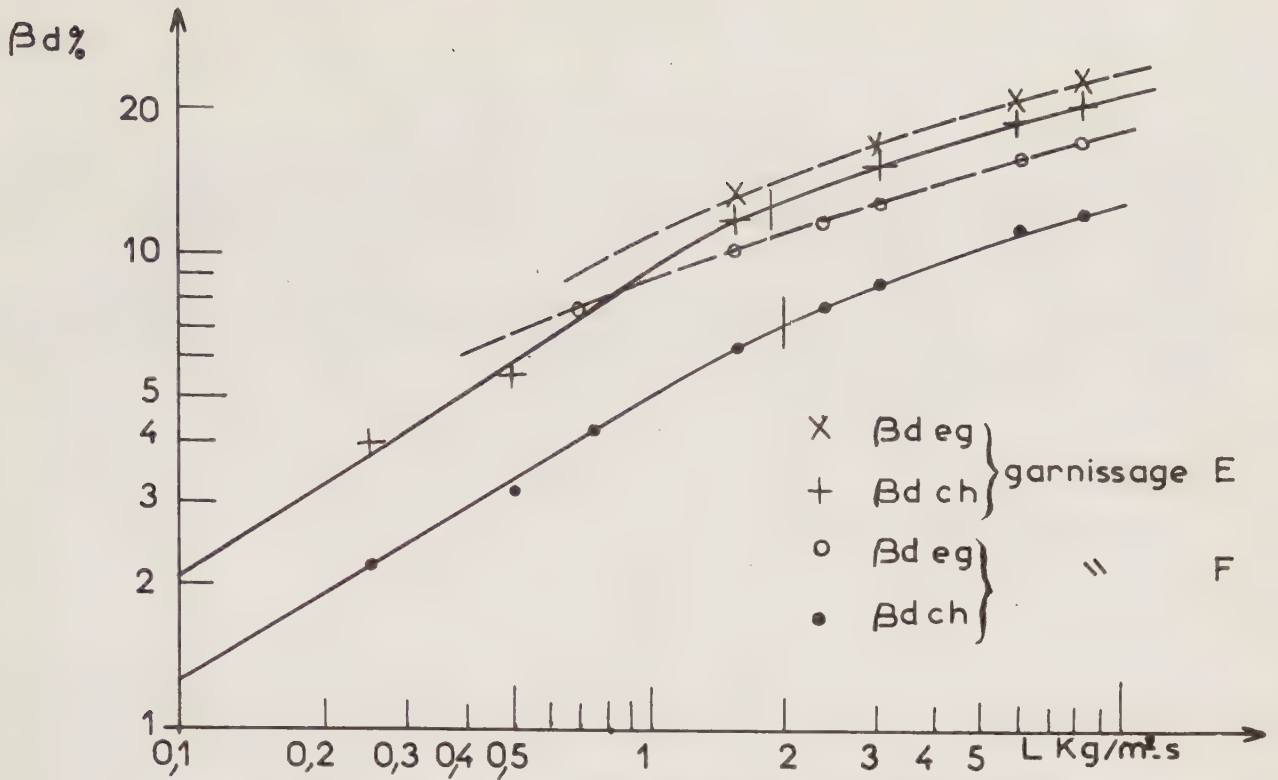
Ces expressions ont la forme classique obtenue par JESSER et ELGIN:

$$\underline{\underline{\beta = b L^s}}$$

4'') Pertes de charge des garnissages E et F aux points de charge et d'engorgement

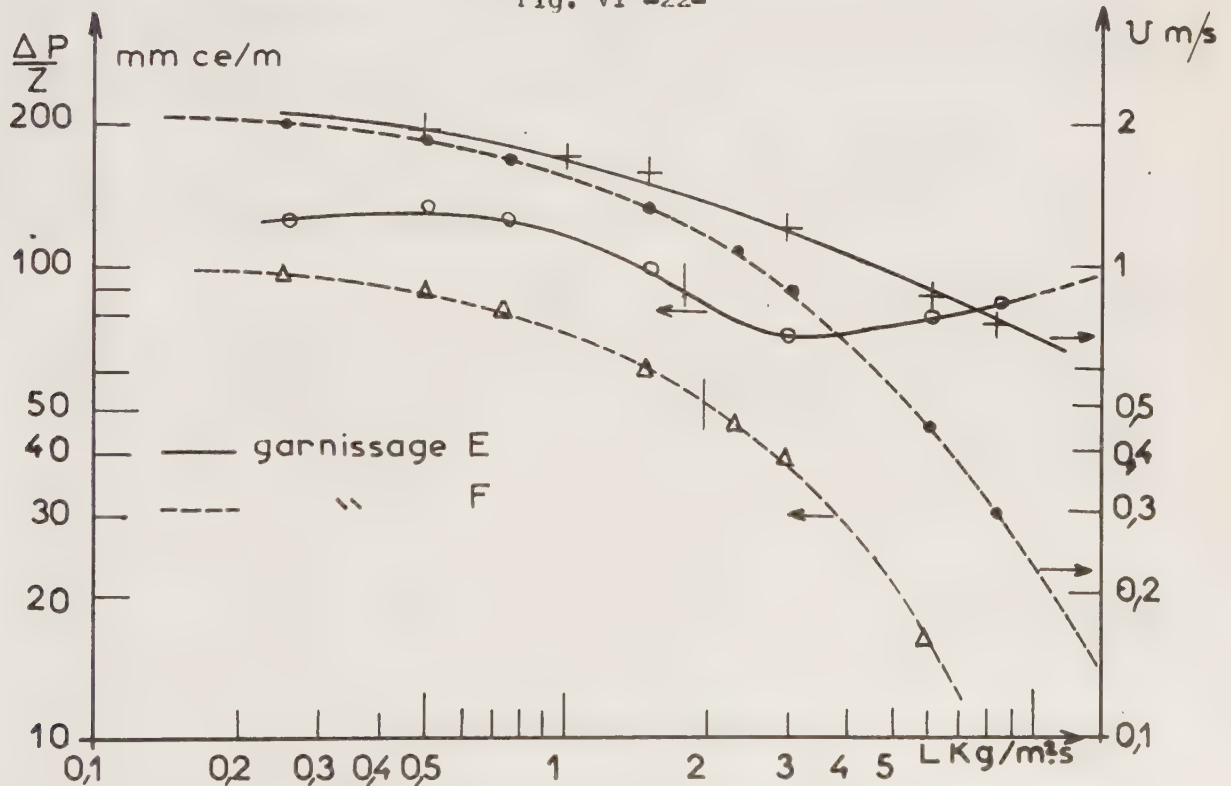
De même que précédemment, nous traçons les courbes $(\frac{\Delta H}{Z})_{ch}$ et $(\frac{\Delta H}{Z})_{eg} = f(L)$ voir figure VI-23.

Pour le garnissage E, la courbe₂ de perte de charge présente un point d'inflexion pour $L \simeq 1,8 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$ correspondant à la limite de la courbe de rétention définie ci-dessus.



Rétention dynamique au point de charge, et d'engorgement pour les garnissages E et F.

Fig. VI -22-



($\Delta P/Z$) et U pour les garnissages E et F au point de charge.

Fig. VI -23-

5°) Rétention critique

A la suite des observations précédentes, on est amené à se demander si la rétention correspondant à la valeur de L voisine de 2 kg/m^2 n'est pas responsable des phénomènes observés.

Calculons le volume maximum de liquide pouvant être logé dans l'espace libre de la micro-structure d'un garnissage type E. On obtient :

$$V = S \times Z \left(\frac{\epsilon - \epsilon'}{100} \right) = 6,95 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$$

soit $\beta_t = 17 \%$

d'où $\beta_d \approx 17 \%$ puisque $\beta_s \approx 2 \%$

Sur le réseau Figure VI -13 on constate que pour $L = 2$, $\beta_{dch} = 15 \%$. Pour ce débit d'arrosage, le volume de liquide retenu dépasserait donc la capacité de la micro-structure et le liquide commencerait à émerger dans les canaux. Ceci expliquerait la disparition de la cassure de la courbe de rétention au point de charge pour $L > 1,5 \text{ kg/m}^2$.

6°) Détermination du régime d'écoulement dans un canal.

Nous avons déterminé au chapitre II le diamètre hydraulique moyen d'un canal : $d = 4,3 \text{ mm}$, connaissant l'inclinaison d'un canal par rapport à l'axe de la colonne : $\theta = 30^\circ$, on peut y calculer la vitesse réelle du gaz : $U_r = \frac{U}{\epsilon' \cos \theta} \cdot 100$; le nombre de Reynolds s'écrit alors :

$$R_e = \frac{U_r \cdot d}{\mu / \rho}$$

Pour l'air à 20°C

Pour le garnissage E :

donc :

$$\frac{\mu}{\rho} = 15 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}.$$

$$\epsilon' = 78 \%$$

$$R_e = 286 U_r$$

$$U_r = 1,48 U$$

et

$$R_e = 425 U$$

On sait que pour une conduite lisse, circulaire, rectiligne, le régime laminaire est perturbé pour $R_e > 2.000$. Ici, en raison des changements de direction des canaux, de la grande rugosité relative de la paroi, et de la présence de l'interface gaz-liquide, on peut admettre que l'écoulement sera turbulent pour des nombres de Reynolds beaucoup plus faibles. Dans un garnissage constitué de solides en vrac le régime cesserait d'être laminaire pour $R_e > 1$ (47) p. 33. CARMAN montre en effet que les équations de KOZENY pour le régime laminaire cessent d'être applicables si $R_e > 2$; (47) p. 326.

Nous observons pour la zone (U, U_{ch}) des courbes $\frac{\Delta H}{Z} = k U^{1,8}$, ce qui montre bien que l'on est en régime turbulent.

Calculons R_e pour $L = 1,5 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$; $U_{ch} = 1,6 \text{ m/s}$.

$$R_e = 680$$

pour $L = 0,25 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$; $U_{ch} = 2,02 \text{ m/s}$

$$R_e = 860.$$

Il est donc évident que le régime est turbulent pour des vitesses inférieures à U_{ch} , et on ne peut pas attribuer à un éventuel changement de régime d'écoulement l'apparition des points de charge. Ce calcul montre cependant qu'il se produira à l'intérieur de la phase gazeuse des mouvements de convection favorisant le transport latéral des molécules.

VII - UTILISATION PRATIQUE DES DIAGRAMMES.

La résolution d'un problème d'échange entre une phase liquide et une phase gazeuse à contre-courant, implique la détermination préalable du régime idéal de fonctionnement du système de contact choisi. En général, ce régime de fonctionnement est déterminé à partir du régime d'engorgement. Pour les anneaux Raschig, par exemple, on prend une vitesse égale à 0,8 ou 0,7 fois la vitesse d'engorgement. Pour les garnissages MULTIKNIT, nous pensons que la vitesse normale de fonctionnement doit être comprise entre U_{ch} et U_{eg} .

Les diagrammes obtenus en colonne "air-eau" permettent de connaître, à partir de la vitesse du gaz, et du débit d'arrosage, la perte de charge et la rétention dynamique.

1°) Calcul de la perte de charge.

Connaissant les conditions thermodynamiques de la colonne en projet, on calcule le coefficient de vitesse permettant d'obtenir une vitesse corrigée utilisable avec le système air-eau.

(voir chapitre VII- VII).

2°) Détermination des régimes de charge et d'engorgement

Plusieurs auteurs ont cherché des groupements de grandeurs tenant compte des propriétés des fluides, des caractéristiques statiques des garnissages, et des conditions de fonctionnement. Nous citerons pour mémoire les relations de MORRIS et JACKSON, et celles de KAFAROV (9), mais la relation plus universelle est celle de SHERWOOD, SHIPPLEY et HOLLOWAY (40) (10) reprise par LOBO (19) LUBIN et surtout LEVA (48). Ce dernier a fait intervenir dans l'expression initiale la masse volumique et la tension superficielle de l'eau dans les conditions normales : 20° et 760 mmHg. Pour rendre cette expression sans dimension, nous pouvons y introduire la viscosité de l'eau et remplacer le facteur $(\mu_L)^{0,2}$ exprimé en centipoises par le rapport $(\frac{\mu_L}{\mu_e})^{0,2}$. Cela ne change rien aux valeurs numériques puisque $\frac{\mu_L}{\mu_e} = 1$ cp.

Nous utiliserons donc l'expression suivante :

$$\frac{1}{g} G^2 \frac{1}{\rho_G \rho_L} \left(\frac{\rho_e}{\rho_L} \right)^2 \frac{s}{\epsilon^3} \left(\frac{\mu_L}{\mu_e} \right)^{0,2} = f \left[\frac{L}{G} \left(\frac{\rho_G}{\rho_L} \right)^{0,5} \right]$$

que nous exprimerons sous la forme $Y = f(X)$

Les grandeurs X et Y seront utilisées comme coordonnées dans la représentation de SHERWOOD (Figure VI-25).

$$g = \text{accélération de la pesanteur} = 9,81 \text{ m/s}^2$$

Application de cette relation aux garnissages type E

Dans le cas des essais en colonne "air-eau",

$$\rho_L = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$$

$$\rho_G = 1,21 \text{ kg.m}^{-3}$$

$$s/\epsilon^3 = 2.340$$

$$\mu_L = \mu_e = 10^{-3} \text{ Pl}$$

On obtient :

$$0,196 G^2 = f \left(3,48 \cdot 10^{-2} \frac{L}{G} \right)$$

$$\text{avec } G = 1,21 \text{ U}$$

A partir des courbes Fig. VI-12 et 13, on détermine U_{ch} et U_{eg} pour chaque valeur de L. Le tableau VI-24 permet de calculer X et Y.

	L	L/G	$3,48 \cdot 10^{-2} \frac{L}{G}$	U	G	G^2	$0,196 G^2$
	kg/m ² s		X	m/s	kg/m ² s		Y
Points de charge.	8,3	9	0,313	0,76	0,92	0,85	0,164
	6	5,5	0,192	0,90	1,09	1,18	0,231
	3	2,03	0,0705	1,22	1,48	2,19	0,430
	1,5	0,77	$2,68 \cdot 10^{-2}$	1,62	1,96	3,85	0,755
	0,75	0,35	$1,20 \cdot 10^{-2}$	1,80	2,18	4,75	0,93
Courbe (a)	0,50	0,22	$0,75 \cdot 10^{-2}$	1,92	2,32	5,35	1,025
	0,25	0,102	$0,354 \cdot 10^{-2}$	2,03	2,46	6,04	1,18
	8,3	5,72	0,199	1,2	1,45	2,10	0,41
Point d'engorgement Courbe (b)	6	3,80	0,132	1,3	1,58	2,48	0,485
	3	1,55	$5,4 \cdot 10^{-2}$	1,6	1,94	3,76	0,74
	1,5	0,62	$2,16 \cdot 10^{-2}$	2	2,42	5,85	1,15
	0,75	0,264	$0,92 \cdot 10^{-2}$	2,25	2,72	7,4	1,45

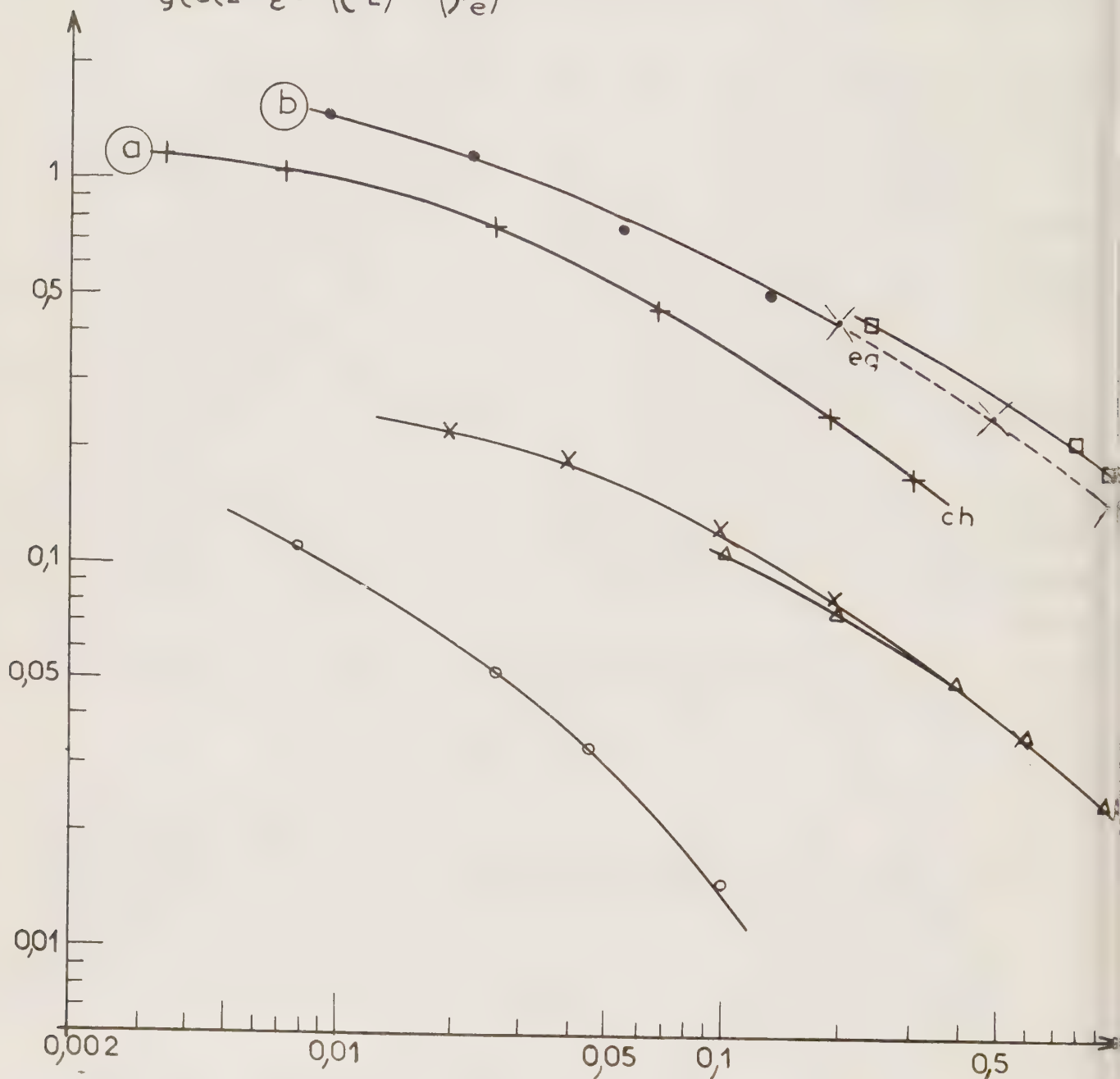
TABLEAU VI-24

On peut alors tracer les courbes a et b figure VI-25 relatives aux régimes de charge et d'engorgement du garnissage E. Nous avons reporté sur ce même diagramme, et à titre de comparaison, les courbes relatives aux points de charge et d'engorgement de plusieurs garnissages d'anneaux Raschig. On voit que le comportement hydrodynamique du MULTIKNIT est bien différent de celui des autres garnissages et se caractérise par des débits de gaz nettement supérieurs. Il ne peut être comparé qu'à celui des anneaux Raschig rangés.

3°) Détermination de l'ordre de grandeur de la rétention dynamique au point de charge

Nous connaissons la rétention dynamique pour l'eau et nous nous proposons de la déterminer pour un liquide quelconque. JESSER et ELGIN (76) ont étudié l'influence des propriétés physiques des liquides sur la rétention dynamique pour des garnissages d'anneaux Raschig de diverses dimensions et de différente nature.

$$Y = \frac{G^2}{g} \frac{1}{\rho_g \rho_L} \frac{s}{\varepsilon^3} \left(\frac{\rho_e}{\rho_L} \right)^2 \left(\frac{\mu_L}{\mu_e} \right)^{0,2}$$



● eg + ch

×

Δ

○

×

□

MULTIKNIT Type E

Anneaux Raschig en vrac

" " " "

" " Pyrex Ø 10 mm

" " rangés

" " "

(eg)(1) (43) (55)

(10)

(2)

(10)

(55)

$$X = \frac{L}{G} \left(\frac{\rho_g}{\rho_L} \right)^{0,5}$$

Fig. VI -25-

Nous trouvons pour les points de charge de nos garnissages une relation de la même forme que celle obtenue par ces auteurs. (Voir p. 120).

Nous admettons que la rétention du MULTIKNIT est influencée dans le même sens que celle des autres garnissages. Ce mode de calcul ne donnera que l'ordre de grandeur de la rétention avec un liquide donné.

Pour un liquide de propriétés physiques μ_L, ρ_L, σ_L , étant dans les conditions thermodynamiques de la colonne: μ_e, ρ_e, σ_e , étant les propriétés physiques de l'eau dans les conditions des essais "air-eau", on peut écrire :

$$\beta_L = \beta_e \frac{(\mu_L / \mu_e)^{0,1}}{(\rho_L / \rho_e)^{0,78} (\sigma_L / \sigma_e)^n}$$

- β_L et β_e sont respectivement les rétentions dynamiques du garnissage en liquide et en eau.
- n est un coefficient que JESSER et ELGIN relient à L par une courbe expérimentale que nous extrapolerons pour $L < 2,5 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$, et dont nous déduisons les valeurs suivantes :

L	10	8,3	6	3	2,3	1,5	1
n	0,35	0,37	0,41	0,47	0,49	0,51	0,52

VIII - INFLUENCE DE QUELQUES PARAMETRES SUR LE COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES GARNISSAGES ETUDIES.

A - Conditions intérieures aux garnissages.

La discussion portera uniquement sur les garnissages A, E, F, ayant fait l'objet d'une étude complète. Nous avons reporté sur les figures VI-26 et VI-27 les courbes de perte de charge et de rétention relatives à ces 3 types de garnissages, pour 2 valeurs très éloignées du débit d'arrosage. On peut également se reporter aux figures VI-10 à 15, pour les autres valeurs de L.

1°) Influence du gaufrage

Rappelons que le garnissage A est constitué avec l'ancien gaufrage, et F avec le nouveau gaufrage. On peut remarquer que A fournit la plus faible perte de charge, ce qui s'explique par sa plus grande porosité. Paradoxalement, A fournit une rétention généralement plus élevée que F et E ;

Exemple pour $L = 0,5 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$	$\beta_A = 8,6 \%$ $\beta_E = 6,5 \%$ $\beta_F = 3,2 \%$	au point de charge (ch)
--	--	----------------------------

Exemple pour $L = 6 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$	$\beta_A = 24 \%$ $\beta_E = 21,5 \%$ $\beta_F = 16,2 \%$	au point d'engorgement (eg)
--	---	-----------------------------

L'état de surface des fils de A peut influencer légèrement sur cette rétention. Les garnissages A ont été utilisés en colonne à distiller et ont subi de ce fait un dégraissage intensif, alors que les garnissages E et F ont été simplement dégraissés à froid.

Les observations du comportement de l'ancien gaufrage de cellule (chapitre V.) montrent la facilité avec laquelle certains canaux s'engorgent à faible vitesse. Ce phénomène est lié à l'irrégularité de la structure, et plus encore à la forme trop aplatie des canaux.

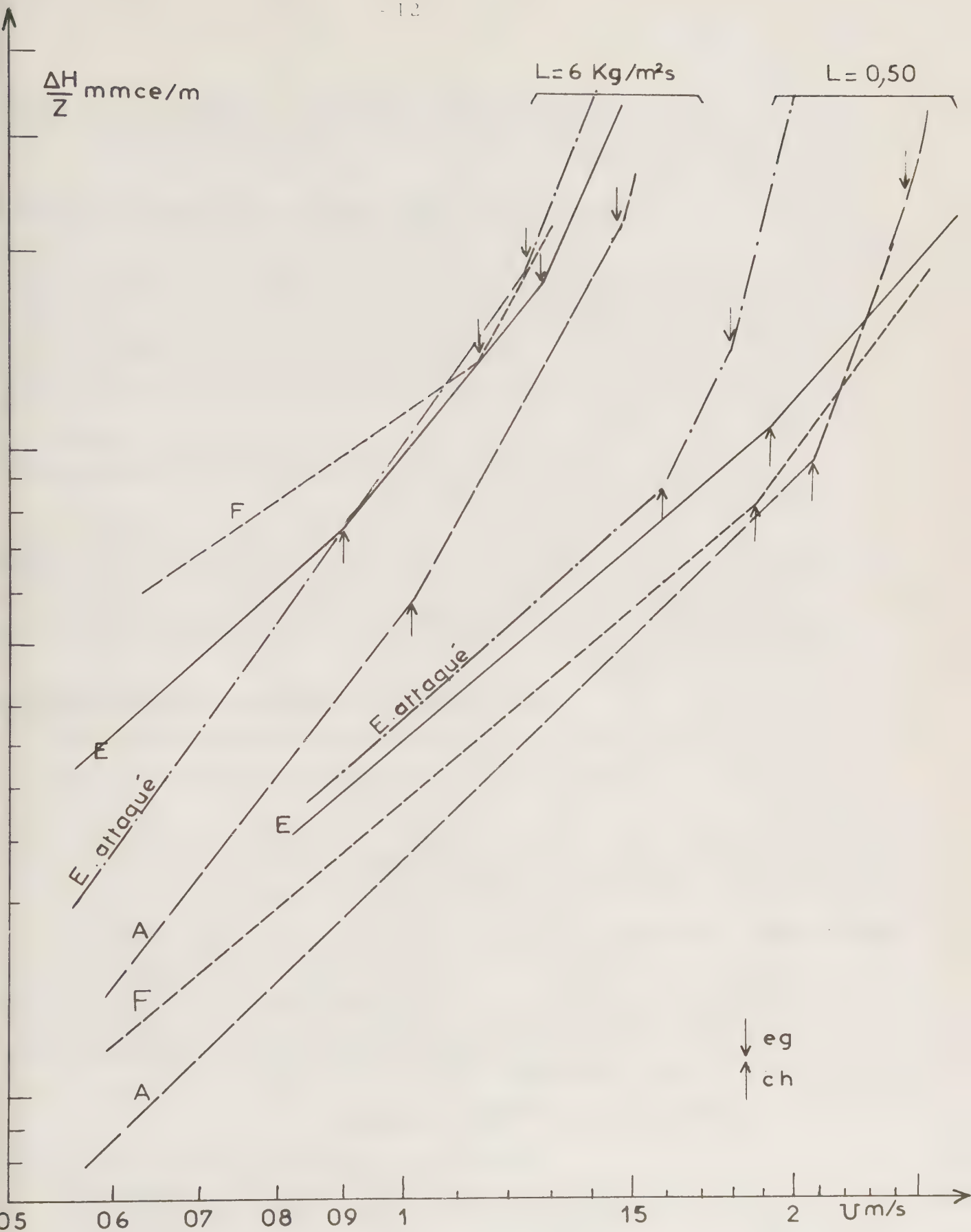
Les avantages du nouveau gaufrage sont principalement une rétention dynamique plus faible et une meilleure conservation de la répartition du liquide.

2°) Influence du cloisonnement.

Comparons les garnissages E et F. Nous savons que le cloisonnement augmente sensiblement la surface volumique et diminue la porosité :

$s_E = 1.950 \text{ m}^2/\text{m}^3$	$; \epsilon'_E = 78 \%$
$s_F = 1.750 \text{ m}^2/\text{m}^3$	$; \epsilon'_F = 82 \%$

Il est donc logique de constater une perte de charge et une rétention dynamique supérieures pour E.



Perte de charge pour différents garnissages MULTIKNIT.

Fig. VI -26-

La meilleure uniformité des garnissages E est responsable des vitesses de charge et d'engorgement nettement supérieures à tous les débits d'arrosage.

Influence du cloisonnement sur la répartition du liquide.

L'examen des courbes de répartition pour les divers garnissages étudiés montre d'une manière générale, une nette tendance du liquide à s'écouler dans la zone centrale pour le régime d'engorgement. Ce phénomène est très facilement observable avec les garnissages E, au delà de U_{eg} (figure VI-20). Il est également marqué pour les garnissages F et A ; mais l'existence d'écoulements préférentiels en certains points gêne l'observation.

Ce phénomène étant lié à la vitesse du gaz, il est à priori logique de penser que le mouvement de ce dernier en est responsable. Nous proposons l'explication suivante.

Nous avons vu au chapitre II que les canaux parcourus par le gaz sont assimilables à des hélices à surfaces directrices cylindriques de révolution, coaxiales. Ceci est justifié si le rayon de courbure de la surface est grand. Cependant, au voisinage du centre il n'est plus possible de négliger le pas de la spirale résultant de l'enroulement de la bande gaufrée.

a) Cinématique du mouvement du gaz. Fig. VI-20

Soit $\vec{U}_r$ la vitesse instantanée du gaz dans un canal.

$\vec{U}_a$ et $\vec{U}_h$ les composantes axiale et horizontale de cette vitesse

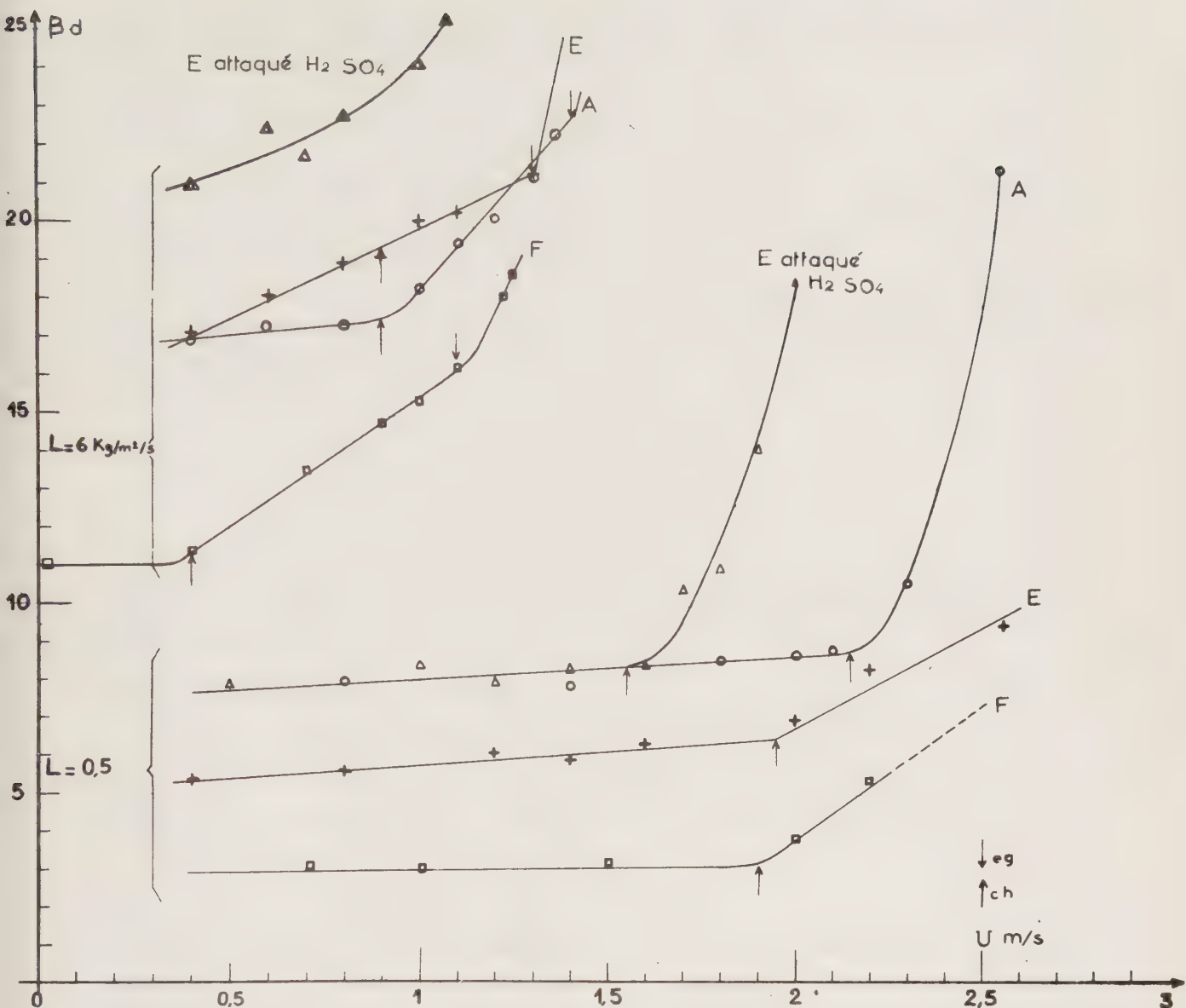
$\vec{U}_h$ se décompose en une vitesse $\vec{U}_{hr}$ radiale, et en une vitesse tangentielle: $\vec{U}_{ht}$

$$\vec{U}_a = \frac{\varepsilon' \vec{U}}{100}, \quad \vec{U} \text{ étant la vitesse capable du débit.}$$

En projection horizontale, on voit que, suivant le sens d'enroulement de l'hélice, la composante radiale $\vec{U}_{hr}$ est alternativement dirigée vers le centre $\vec{U}_{1hr}$ et vers la paroi extérieure $\vec{U}_{2hr}$. Les canaux d'une même double couche étant opposés deux à deux, ces vitesses se neutralisent et favorisent les mouvements de convection à l'intérieur de la double couche isolée par 2 bandes de cloisonnement.

b) Etude dynamique.

Considérons un groupe de molécules de gaz de volume V et de masse m , animé de la vitesse $\vec{U}_r$. Examinons les forces d'inertie dues au mouvement. Seule la force d'inertie résul-



Comparaison de la rétention dynamique des divers garnissages étudiés pour $L=0,5 \text{ kg/m}^2 \text{ s}$

$L=6 \text{ kg/m}^2 \text{ s}$

Garnissages MULTIKNIT type A

" E normal

" E attaqué à H_2SO_4

" F

tant du mouvement de rotation uniforme imprimé par $\vec{U}_{ht}$ est à considérer. L'accélération centripète de valeur $\vec{\Gamma} = \frac{U_{ht}^2}{R}$ provoque une force d'inertie centrifuge : $\vec{F}_r = - m \vec{\Gamma}$

Nous mettons ainsi en évidence un champ de forces appliqué au gaz et tendant à l'éloigner du centre de la colonne, proportionnellement à U^2 et à l'inverse de la distance au centre.

Calculons la valeur de la pression radiale résultant de ce phénomène sur un exemple correspondant à un régime dynamique de la zone de charge.

Exemple : $U = 2 \text{ m/s}$

$$U_{ht} = 1,5 \text{ m/s}$$

$$R = 2,25 \cdot 10^{-2} \text{ m}$$

$$\Gamma = 100 \text{ m/s}^2$$

soit f_r la force exercée sur 10^{-6} m^3 de gaz de masse volumique $1,293 \text{ kg/m}^3$. Ce volume correspond à un élément de canal de longueur 70 mm et de section $14,4 \text{ mm}^2$.

Surface latérale normale à $\vec{f}_r$:

$$s = 70 \times 4,3 = 301 \text{ mm}^2 = 3,01 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$f_r = 1,293 \cdot 10^{-4} \text{ Newton.}$$

La pression exercée sur la surface normale à f est donc :

$$\sigma_r = \frac{f_r}{s} = 0,43 \text{ Pa}$$

soit dans le système c-g-s : $\sigma_r = 4,3 \text{ Ba}$

Ce calcul situe l'ordre de grandeur de cette pression ; mais il est évident que la vitesse réelle dans un canal au voisinage de l'engorgement peut être beaucoup plus grande que celle considérée pour cet exemple numérique.

c) Le cloisonnement vertical, doit s'opposer à ce mouvement du gaz. Nous avons observé au chapitre V, le développement et la stabilité du film liquide tendu dans les vides de mailles de la toile métallique. Les actions de surface entre le liquide et la micro-structure du cloisonnement devront équilibrer la pression exercée par le gaz (54). La détermination de la bande de cloisonnement sera donc liée aux propriétés physiques du liquide, et en particulier à sa tension superficielle.

Quelle que soit la rigidité du film ainsi établi, il est évident que pour une certaine valeur de U_r , la pression devient trop importante et rompt le film. Cela se produit en premier lieu pour R petit, c'est-à-dire au voisinage immédiat du centre. L'écoulement

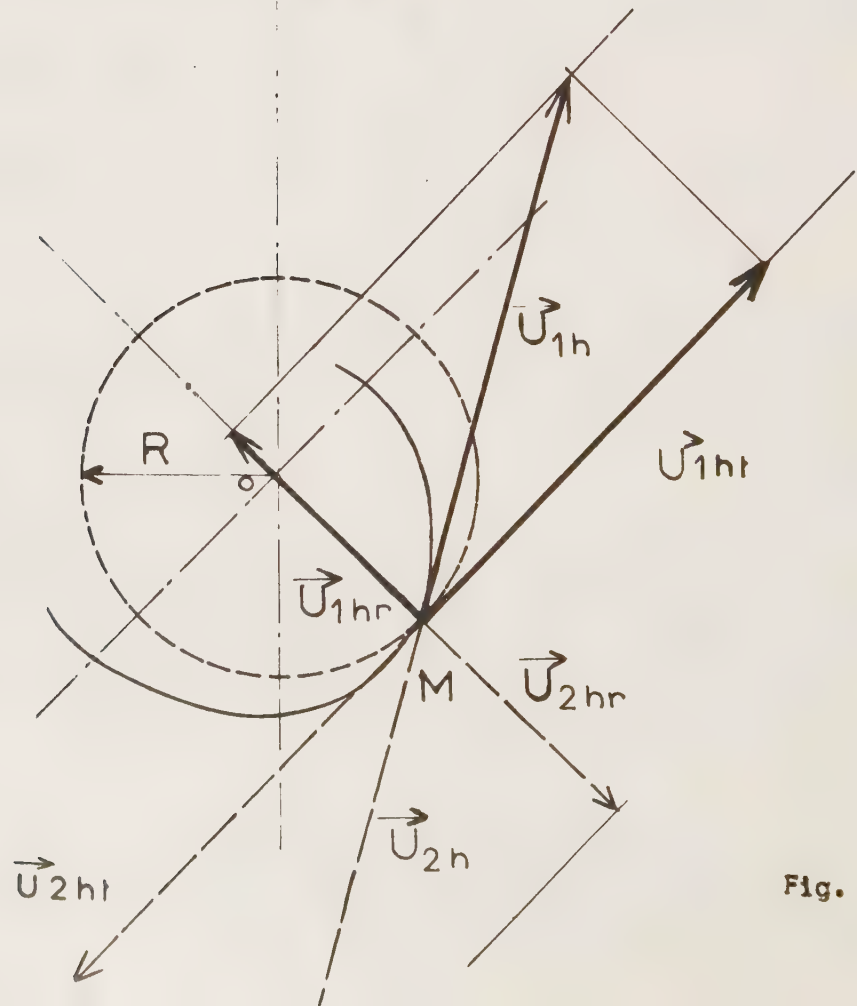
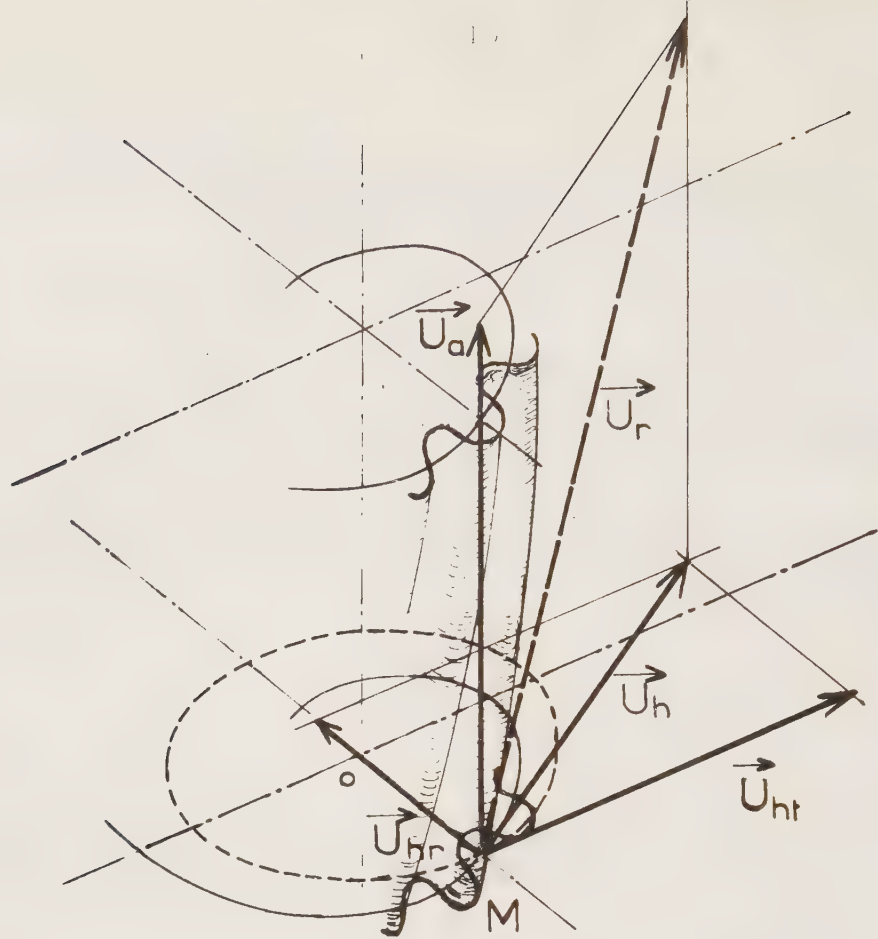


Fig. VI -28-

du liquide se produit dans cette zone, puisque le gaz est soumis à un champ de forces centrifuges. C'est donc le gaz qui commande les écoulements dans la macro-structure. Cette démonstration explique aussi que la présence du cloisonnement améliore la répartition du liquide à vitesse élevée, et justifie l'existence de phénomènes d'hystérésis liés à l'irréversibilité de la rupture du film liquide.

3°) Etat de surface.

Pour éliminer les dépôts d'oxydes métalliques déjà signalés, nous avons traité les garnissages à H_2SO_4 . Une légère attaque de la surface s'est produite, et nous avons assisté au déplacement des caractéristiques dynamiques. Les courbes relatives à E attaqué, et à E normal, ont été reportées sur la figure VI -26. Nous constatons :

- une augmentation très nette de $\Delta H/Z$ et β_d .
- aucune amélioration sensible de la répartition du liquide.
- un phénomène d'hystérésis plus marqué.

Ces phénomènes sont justifiés par une meilleure mouillabilité de la surface attaquée.

Elles nous ont conduit à réaliser les essais relatifs à un même garnissage dans un laps de temps aussi réduit que possible, et à utiliser des matériaux soigneusement dégraissés.

B - Conditions extérieures au garnissage.

1°) Hauteur garnie

Dans la zone des vitesses d'utilisation, le garnissage E conserve de façon acceptable, après 0,720 m, la répartition initiale de liquide. Cela nous permet d'envisager des hauteurs sensiblement supérieures sans risque de cheminements préférentiels. Pour les garnissages A et F, la répartition du liquide est détériorée pour des hauteurs nettement plus faibles.

2°) Continuité axiale du garnissage.

Il est indispensable d'assurer un contact étroit entre les tampons contigus. Si ce contact est imparfait, des regroupements de filets liquides peuvent se produire dans le plan de jonction de deux tampons entraînant une distribution médiocre pour le tampon inférieur. Il s'en suit une distribution défectueuse du gaz dans le tampon supérieur. On comprend ainsi qu'un défaut localisé à un niveau quelconque entraîne la perturbation des écoulements dans tout le volume garni compris entre deux plateaux redistributeurs.

C - Hystérésis des écoulements

Les caractéristiques dynamiques évoluent dans le temps jusqu'à un régime permanent correspondant au mouillage parfait de la structure. L'engorgement permet d'accélérer ce mouillage, mais nous avons vu qu'il déplace le liquide vers le centre, ce qui entraîne un phénomène d'hystérésis observable à la fois sur les courbes de perte de charge et de rétention, et sur les figures de répartition.

Ce phénomène sera décrit pour les garnissages A : figure VI-29 où il est particulièrement bien marqué. Il existe aussi pour E et F, mais de façon très atténuée. Il est alors seulement observable dans la zone des vitesses supérieures à U_{ch} .

Examinons un cycle : Partons d'un garnissage mouillé égoutté, en réglant U à des valeurs échelonnées à partir de 0, on obtient des valeurs de la perte de charge et de la rétention correspondant à des points situés sur la courbe inférieure. On atteint ainsi une vitesse U_{eg} , instable, entraînant l'engorgement complet stable avec une diminution de vitesse.

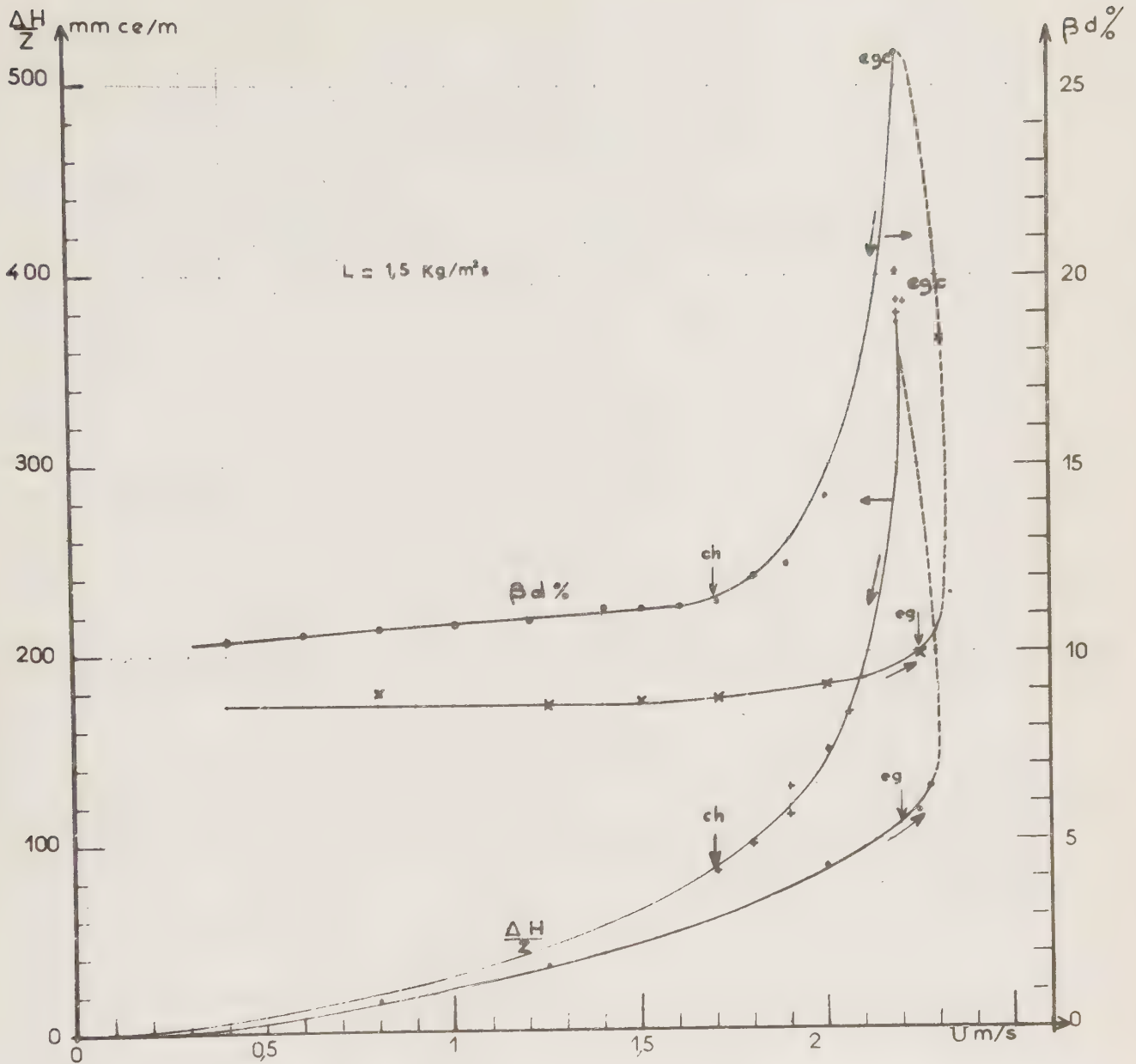
Si avant chaque nouveau réglage de la vitesse, on part du régime d'engorgement complet, on obtient des valeurs de ΔH et β_d plus grandes que les valeurs précédentes, pour une même vitesse. On décrit la courbe supérieure du cycle.

On observe avec les garnissages E que la répartition du liquide, pour une certaine vitesse de la zone de charge, est plus uniforme en partant de $U = 0$ que de U_{egc} .

Ces essais purement dynamiques ont permis de mesurer les caractéristiques de perte de charge et de rétention pour les divers garnissages étudiés. Nous avons pu dégager assez facilement l'influence de nombreux paramètres, et donner des interprétations logiques des phénomènes observés. De plus nous pouvons dégager quelques règles générales en vue d'une exploitation rationnelle de ces garnissages :

- Structure du garnissage uniforme constituée de canaux équivalents.
- Continuité axiale du garnissage.
- Intérêt du cloisonnement vertical permettant de conserver la distribution du liquide dans une grande hauteur, et permettant de plus grandes vitesses de charge, sans entraîner une rétention plus élevée.
- Nécessité d'assurer dans les deux sections extrêmes du garnissage une distribution uniforme de la phase liquide, et de la phase gazeuse.

Ces résultats réduiront dans des proportions considérables les essais ultérieurs en colonne à distiller qui peuvent seuls nous fournir l'efficacité du garnissage eu égard au transfert de matière entre les phases, dans des conditions industrielles.



Garnissage MULTIKNIT type A cycle d'hystérésis
pour la perte de charge et la rétention
dynamique

Fig VI 29

CHAPITRE VII

ETUDE DE L'EFFICACITE DES GARNISSAGES MULTIKNIT EN COLONNES A DISTILLER

I - GENERALITES.

La distillation, sous ses multiples aspects est certainement l'opération de Génie Chimique la plus ancienne et la plus importante. N'a-t-on pas dit de la puissance économique d'un pays moderne qu'elle pourrait se chiffrer d'après le nombre et l'importance de ses colonnes à distiller ?

Si les garnissages sont depuis longtemps utilisés dans les installations industrielles, il faut bien remarquer qu'ils le sont davantage dans les opérations d'absorption ou d'extraction, que dans les unités de distillation. Leur emploi tend cependant à se généraliser pour les colonnes à distiller de diamètre inférieur à 230 mm (42), pour lesquelles le prix des plateaux est prohibitif. Cela correspond à l'ensemble des unités de laboratoire, de demi-grand, et aux colonnes de production de faible tonnage : produits pharmaceutiques, parfums... Pour les unités de grande production, on leur préfère généralement le système de contact par barbotage à l'aide de plateaux de toutes sortes : (cloches, clapets, méduses, perforations, Kittel, etc....)

Les systèmes de contact à plateaux, bien que très onéreux et conduisant à des H.E.P.T. élevés, bénéficient d'une technique éprouvée et d'un fonctionnement sûr, aussi, la routine aidant, leur emploi est souvent retenu, bien que la solution des garnissages soit souvent plus avantageuse. Malgré cet état de choses, ces derniers s'imposent dans toutes les opérations sous pression réduite, pour lesquelles, en raison des grandes vitesses de gaz, et de l'instabilité des produits traités, la perte de charge de la colonne s'avère une caractéristique essentielle.

Deux raisons limitent encore l'emploi des garnissages dans les colonnes de grand diamètre :

- Le manque de données techniques directement utilisables,
- La diminution rapide de l'efficacité, dès que le diamètre de la colonne dépasse 160 à 200 mm.

Pour pallier cet inconvénient, certains fabricants proposent l'association en parallèle de colonnes garnies dont le diamètre individuel ne dépasse pas 150 à 180 mm (63), preuve évidente du comportement défectueux des garnissages continus traditionnels.

Il faut aussi remarquer que si l'on trouve une littérature abondante sur les applications de garnissages à l'absorption (1) (2), les études de ces produits en distillation sont le plus souvent limitées à des colonnes de petit diamètre. Pour les diamètres supérieurs à 160 mm les résultats sont très rares, et ne peuvent en aucune façon satisfaire un utilisateur, car les conditions d'emploi sont mal précisées, ou sont pratiquement irréalisables dans une colonne industrielle.

Pour accéder à l'efficacité d'un garnissage, certains auteurs calculent les hauteurs d'unité de transfert par l'absorption d'un gaz dans un liquide à contre courant. Ces résultats ne sont pas applicables à la distillation car les conditions hydrodynamiques et thermodynamiques peuvent être très différentes.

Notre garnissage, en raison de sa grande porosité et de sa grande surface, a une vocation marquée pour les opérations de distillation et plus particulièrement de distillation sous faible pression. C'est donc dans des conditions aussi voisines que possible de son emploi industriel, que nous avons cherché à en connaître l'efficacité, sans toutefois procéder à des mesures sous pression réduite, qui auraient nécessité la mise en oeuvre d'un matériau très coûteux.

DELZENNE (34) a comparé l'efficacité de quelques garnissages sous pression réduite, et sous pression atmosphérique. Il constate en particulier à débit massique égal, une efficacité légèrement inférieure sous pression de 100 mm Hg pour une colonne de diamètre 200mm garnie d'anneaux Raschig.

H.E.P.T. (100 mm Hg) = 285 mm

H.E.P.T. (760 mm Hg) = 310 mm

Etant donné la difficulté d'une telle comparaison, cet écart n'est pas significatif.

BERG et POPOVAC (31) ont montré que l'efficacité d'un garnissage était pratiquement indépendante de la pression de fonctionnement, à condition de calculer le nombre d'étages théoriques à partir d'une courbe d'équilibre liquide-vapeur, ou du coefficient de volatilité relative correspondant à cette même pression. Une difficulté demeure cependant pour définir sous faible pression un coefficient significatif, en raison du gradient de pression entre le bas et le haut de la colonne, dû à la perte de charge. Nous avons étudié les garnissages MULTIKNIT simples, sous pression atmosphérique, en colonne de laboratoire de diamètre 25 mm. Ces mêmes garnissages étudiés par PROLABO (64) sous des pressions échelonnées de 760 à 2 mm Hg dans le bouilleur, montrent, à débit massique constant, une augmentation de l'efficacité pour les faibles pressions : voir tableau VII-22.

Ces diverses observations permettent de penser que l'efficacité du matériau, mesurée sous pression atmosphérique sera utilisable sous vide avec une certaine marge de sécurité.

PLAN D'ETUDE

Pour pouvoir étudier dans des conditions valables les garnissages proposés, nous avons été amenés à construire une unité de distillation de dimensions industrielles. Elle nous permettra de mesurer l'efficacité des garnissages, qui ont donné au préalable des résultats intéressants en colonne "air-eau". Les deux colonnes ayant le même diamètre, les mêmes garnissages seront utilisés dans l'une et dans l'autre.

Après avoir étudié le mélange binaire, décrit l'installation, défini la méthode de mesure, et déterminé la précision et la reproductibilité des résultats, nous nous efforcerons de dégager des expériences réalisées l'influence des principaux paramètres.

II - MELANGE BINAIRE UTILISE POUR LES ESSAIS EN COLONNE A DISTILLER DE DIAMETRE 235 mm.

A - Choix du mélange.

Le choix du mélange Benzène - trichloréthylène nous a été pratiquement imposé par les conditions de nos mesures et les dimensions de la colonne.

Un examen de la littérature montre qu'il existe un grand nombre de mélanges utilisés pour éprouver l'efficacité des garnissages, mais aucun ne peut prétendre être universel. A notre connaissance, il n'existe encore aucune entente internationale visant à normaliser certains "mélanges test" (5). Un examen de ceux qui sont le plus couramment employés montre qu'ils ne peuvent s'appliquer à nos essais.

Le mélange Benzène-Toluène (22) (29), mis à part le danger, serait idéal, mais il ne nécessite pas pour une séparation quasi totale, un nombre d'étages théoriques suffisant pour éprouver un garnissage à efficacité élevée. Cette remarque est valable pour les mélanges cyclohexane-Toluène, acétone-benzène (27) méthanol-eau (28) (45). Les mélanges qui présentent des nombres de plateaux très élevés (24) (25) ne sont réellement valables que pour les installations de laboratoire où il est fréquent d'obtenir 50 plateaux au mètre. Certains mélanges (21) (26) sont proscrits en raison du prix élevé que représente la quantité de liquide nécessaire au fonctionnement d'une installation de grandes dimensions. D'autres enfin, en raison de leur caractère corrosif, de leur instabilité chimique, ou de leur inflammabilité, sont à éliminer. Si l'on ajoute à ces conditions la nécessité de pouvoir réaliser l'analyse précise du mélange par réfractométrie, on conçoit que le nombre de possibilités soit restreint.

Ces considérations (21) nous ont conduit à choisir le couple Benzène-Trichloréthylène qui répond très bien à nos besoins et présente les qualités suivantes :

- mélange pratiquement idéal
- stabilité chimique suffisante à condition d'opérer sous atmosphère neutre
- liquide non corrosif à l'abri de l'air
- indices de réfraction bien différenciés (30) (40)

$$n_d^{20} \text{ Benzène : } 1,50112$$

$$n_d^{20} \text{ Trichloréthylène : } 1,4777$$

- quasi linéarité de la courbe d'étalonnage du réfractomètre
- constituants d'un prix modéré, existant sous forme "technique" à des taux de pureté acceptables
- nombre d'étages théoriques, à reflux total, très bien adapté à nos mesures.

Nous avons établi avec ces liquides la courbe d'équilibre liquide-vapeur. Nous avons également déterminé cette courbe à partir de données extraites de la littérature.

B - Détermination expérimentale de la courbe d'équilibre

L'appareil utilisé est une boucle de distillation, où tout est prévu pour qu'un seul étage théorique soit réalisé. Le temps d'équilibre étant de 45 minutes, nous avons attendu plus d'une heure avant de prélever simultanément les échantillons du condensat et du mélange en ébullition.

L'analyse est réalisée par réfractométrie. A partir de la courbe d'équilibre liquide-vapeur (Fig. VII-6) tracée à grande échelle on peut déterminer α expérimental en appliquant la relation :

$$\alpha = \frac{y}{1-y} \cdot \frac{1-x}{x} \quad \text{Voir tableau de calcul VII-A}_1$$

Dans le domaine de séparation de la colonne :
15 % < x < 85 % , on obtient :

$$1,22 < \alpha_{\text{expérimental}} < 1,24$$

C - Détermination théorique de la courbe d'équilibre

Hypothèses : nous supposons que les liquides sont miscibles en toute proportion et obéissent aux lois de RAOULT et de HENRY.

On a alors les relations :

$p_i = P_i x_i$	p_i = pression partielle du constituant i dans la vapeur P_i = pression de vapeur de i pur dans les mêmes conditions x_i = concentration de i dans le liquide y_i = concentration de i dans la vapeur P = pression totale = 760 mmHg
$\sum x_i = \sum y_i = 1$	
$\sum p_i = P$	

Pour deux constituants A et B dont A est le plus volatil :

$$x_A = \frac{P - P_B}{P_A - P_B}$$

La loi de HENRY permet d'écrire :

$$y_A = \frac{P_A}{P} ; \quad x_A = \frac{P_A}{P} \cdot \frac{(P - P_B)}{(P_A - P_B)}$$

x %	y %	100-y	y/100-y	100-x	100 x/x	α
10	11,8	88,2	0,134	90	9	1,21
20	23,3	76,7	0,304	80	4	1,22
50	55,4	44,6	1,24	50	1	1,24
70	74,3	25,7	2,89	30	0,43	1,24
90	91,6	8,4	10,95	10	0,111	1,21

Détermination de α expérimental

Tableau VII A₁

P _c	mm Hg	200	400	760	1520
T _A Benzène	$\frac{0}{c}$	42,2	60,6	80,1	103,8
T _B Trichloro- éthylène	$\frac{0}{c}$	48	67	86,7	

Référence (49)

Tableau VII A₂

T	P _A	P _B	P - P _B	P _A - P _B	x _A	P _A /P	y _A	$\alpha = \frac{P_A}{P_B}$
$\frac{0}{C}$	mm Hg	mm Hg	mm Hg	mm Hg				
80,1	760	610	150	150	1	1	1	1,25
81	790	630	130	160	0,812	1,04	0,845	1,25
82	820	650	110	170	0,647	1,08	0,7	1,26
83	845	670	90	175	0,514	1,112	0,57	1,26
84	875	700	60	175	0,343	1,151	0,395	1,25
85	910	720	40	190	0,211	1,200	0,253	1,26
86	940	740	20	200	0,1	1,239	0,124	1,26
86,7	960	760	0	200	0	1,263	0	1,26

Détermination de α théorique

Tableau VII A₃

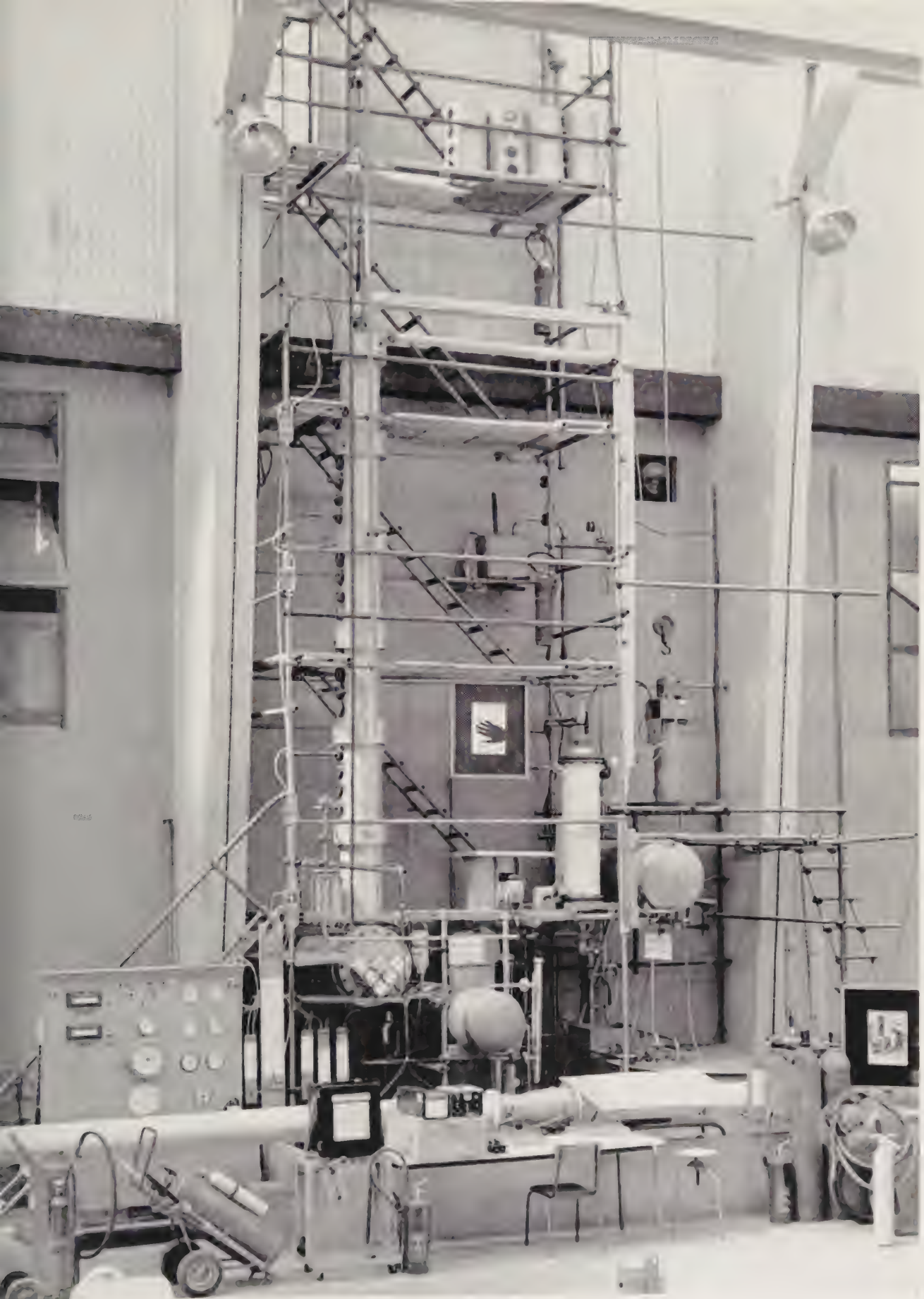


Fig. VII - 1

Vue générale de l'unité de distillation. Diamètre 235 mm.

Connaissant P , P_A et P_B en fonction de la température, et en se donnant x_A , on peut calculer y_A , ce qui permet de déterminer le courbe d'équilibre.

Les valeurs de P_A et P_B sont consignées dans le tableau VII-A₂.

Nous ne sommes intéressés que par les valeurs comprises entre 80 et 87°C. En coordonnées semi-logarithmiques, $p_i = f(T)$ est une droite, permettant une interpolation très facile de p_i entre les 2 températures précédentes. On peut alors constituer le tableau VII-A₃ donnant les points de la courbe d'équilibre ainsi que les valeurs du coefficient de volatilité relative des 2 constituants.

La courbe d'équilibre ainsi obtenue est pratiquement confondue avec la courbe expérimentale, ce qui traduit le bon accord des résultats expérimentaux et théoriques (Voir fig. VII-6) on obtient :

$$1,25 \quad \alpha_{\text{théorique}} \quad 1,26$$

Pour les divers calculs ultérieurs nous prendrons comme valeur de α la moyenne des 2 résultats précédents soit :

$$\underline{\underline{\alpha = 1,243}}$$

III - DESCRIPTION DE L'UNITE DE DISTILLATION

La photographie VII-1 donne une vue générale de l'installation sur laquelle on reconnaît les parties principales : bouilleur, colonne calorifugée, condenseur et réservoirs principaux.

A - Le bouilleur

C'est un générateur de vapeur à chauffage électrique pouvant fournir une puissance de 36 KW. Une sécurité de niveau fonctionne par manque de liquide. L'évacuation a lieu par trop plein et siphon. La puissance thermique est dissipée par 6 thermoplongeurs de 6000 W chacun. Ces derniers peuvent être indifféremment connectés à une alimentation permanente ou à une alimentation régulée. On parvient ainsi à une régulation par tout ou peu. Le détecteur de température est une sonde à thermistance située au-dessus de la surface d'évaporation et exposée directement aux vapeurs, afin de réduire le temps de réponse. Il est relié à un Pyrectron modulé décelant des variations de 1/10 de °C. Nous mesurons la puissance électrique au moyen de transformateurs d'intensité et d'un wattmètre.

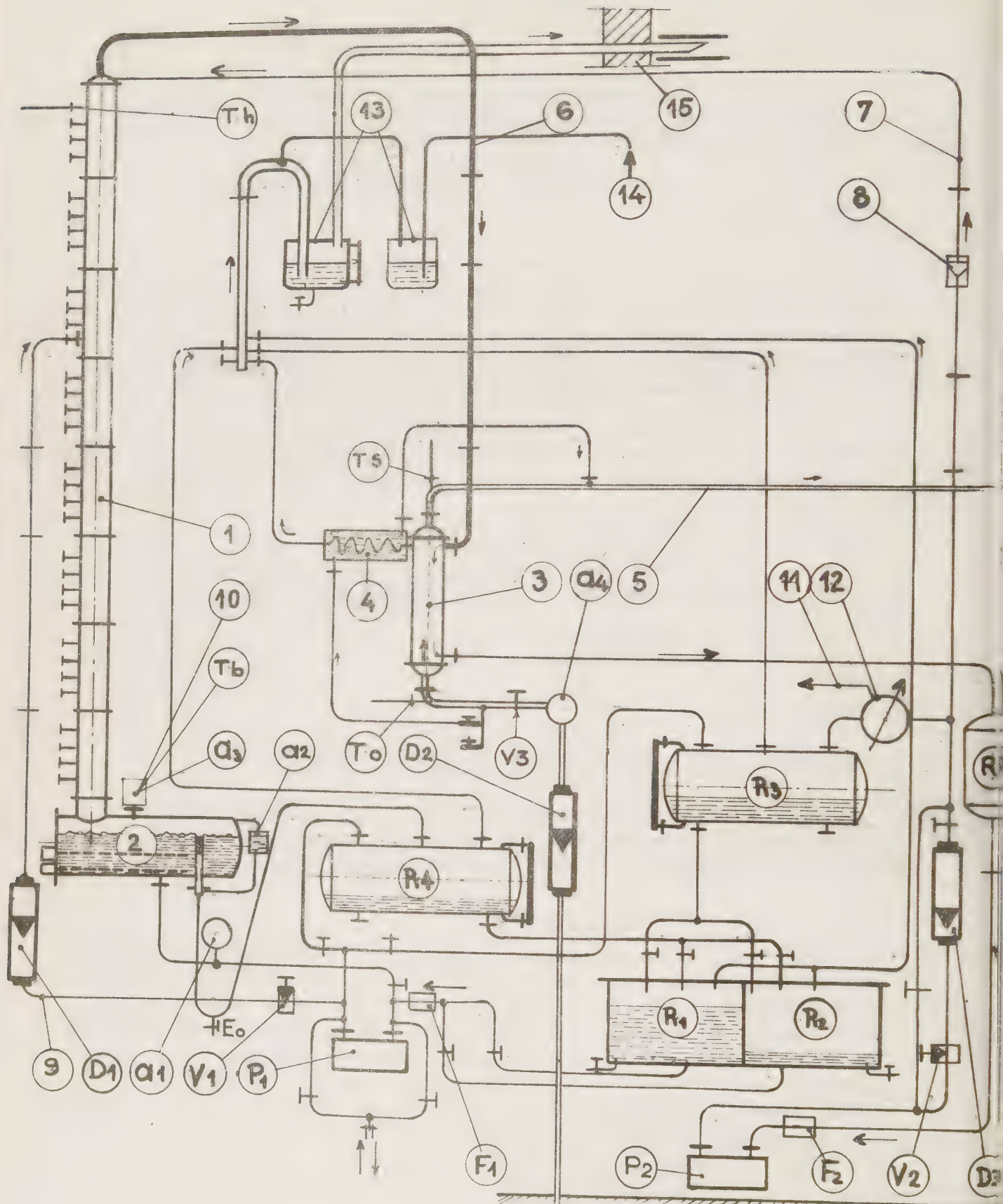


Fig. VII- 2 - Schéma général de l'unité de distillation.

SCHEMA GENERAL DE L'INSTALLATION DE

DISTILLATION

- 1 = Colonne et système de contact
- 2 = Bouilleur électrique
- 3 = Condenseur
- 4 = Condenseur de sûreté
- 5 = Circuit d'eau de refroidissement
- 6 = Conduite d'amenée des vapeurs
- 7 = Conduite de reflux
- 8 = Clapet de retenue
- 9 = Conduite d'alimentation
- 10 = Régulateur de chauffage
- 11 = Commande du taux de reflux
- 12 = Electro-vanne
- 13 = Soupape hydraulique à double effet
- 14 = Conduite d'arrivée d'azote
- 15 = Conduite de "respiration"
- a₁ = Alarme par surpression dans le bouilleur
- a₂ = Alarme par niveau insuffisant dans le bouilleur
- a₃ = Alarme par surchauffe
- a₄ = Alarme par manque de débit d'eau
- D₁ = Débitmètre d'alimentation
- D₂ = Débitmètre d'eau
- D₃ = Débitmètre de reflux
- F¹ = Filtre du circuit d'alimentation
- F² = Filtre du circuit de reflux
- P¹ = Pompe d'alimentation
- P² = Pompe de reflux
- R₁ = Réservoir du mélange d'alimentation
- R₂ = Réservoir mélangeur
- R₃ = Réservoir du produit léger
- R₄ = Réservoir du produit lourd
- R₅ = Réservoir du condensat
- T⁵ = Température de l'eau à l'entrée du condenseur
- T⁰_s = Température de l'eau à la sortie du condenseur
- T_b = Température dans le bouilleur
- T_h = Température en haut de la colonne
- V = Vanne de réglage du débit d'alimentation
- V¹ = Vanne de réglage du débit de reflux
- V² = Vanne de réglage du débit d'eau
- E³ = Prise d'échantillon dans le bouilleur
- E⁰_s = Prise d'échantillon à la sortie du condenseur

Le pyrectron joue à la fois le rôle de détecteur, de régulateur, d'indicateur, et d'alarme en cas d'augmentation anormale de la température au-dessus de la valeur affichée.

B - La colonne

1) Elle est entièrement construite en acier inoxydable à partir de viroles de 235 mm de diamètre. La colonne, constituée de 10 tronçons identiques superposés, est entièrement calorifugée par des coquilles démontables, garnies de laine de roche, et peut être sectionnée à la hauteur désirée.

2) Description d'un élément de colonne : chaque élément était initialement destiné à recevoir 5 tampons MULTIKNIT ($Z = 0,720$ m) et un plateau distributeur classique (voir essais A_1). Les observations réalisées en colonne "air-eau" ont mis en évidence la nécessité de ménager au-dessous des distributeurs ou redistributeurs un espace libre, ce qui limite pratiquement à 4 le nombre de tampons utilisables dans un même tronçon : schéma I' figure VII-4.

Chaque tronçon est muni de 4 piquages disposés sur une même génératrice et destinés à recevoir divers appareils de mesure : thermomètres, prises de pression, capteurs, tuyauteries Au sommet de chaque tronçon se trouve le dispositif de prélèvement d'échantillons en phase liquide. Les tampons sont disposés dans la colonne à distiller de la même manière que dans la colonne "air-eau" .

C - Le condenseur

Il est situé au bas de l'échafaudage. Cette disposition (46 p. 292) a pour but de simplifier les manipulations dues aux montages et démontages de la colonne, et de soulager l'échafaudage d'une charge importante qui serait normalement située au sommet. Le condenseur est entièrement calorifugé pour permettre le calcul de la puissance thermique dissipée par refroidissement. Une sécurité fonctionne par débit d'eau insuffisant.

D - Autres dispositifs (Figure VII-2)

L'installation fonctionne sous atmosphère d'azote. Les réservoirs sont reliés à une cheminée de "respiration" donnant à l'extérieur du bâtiment. Un double clapet hydraulique -13- protège de toute surpression intérieure, et permet l'introduction d'azote lorsque la colonne se met en dépression. On évite ainsi toute entrée d'air pouvant oxyder partiellement le mélange.

E - Fonctionnement de l'installation

Considérons le cas le plus général : celui du fonctionnement continu. Reportons nous au schéma VII-2 et à la nomenclature VII-3.

Le mélange à distiller est contenu dans le réservoir R_1 , où il est aspiré par la pompe d'alimentation P_1 , puis refoulé dans la colonne, au-dessus du plateau distributeur d'alimentation au débit prévu, mesuré par le rotamètre D_1 , et réglé par la vanne pointeau V_1 .

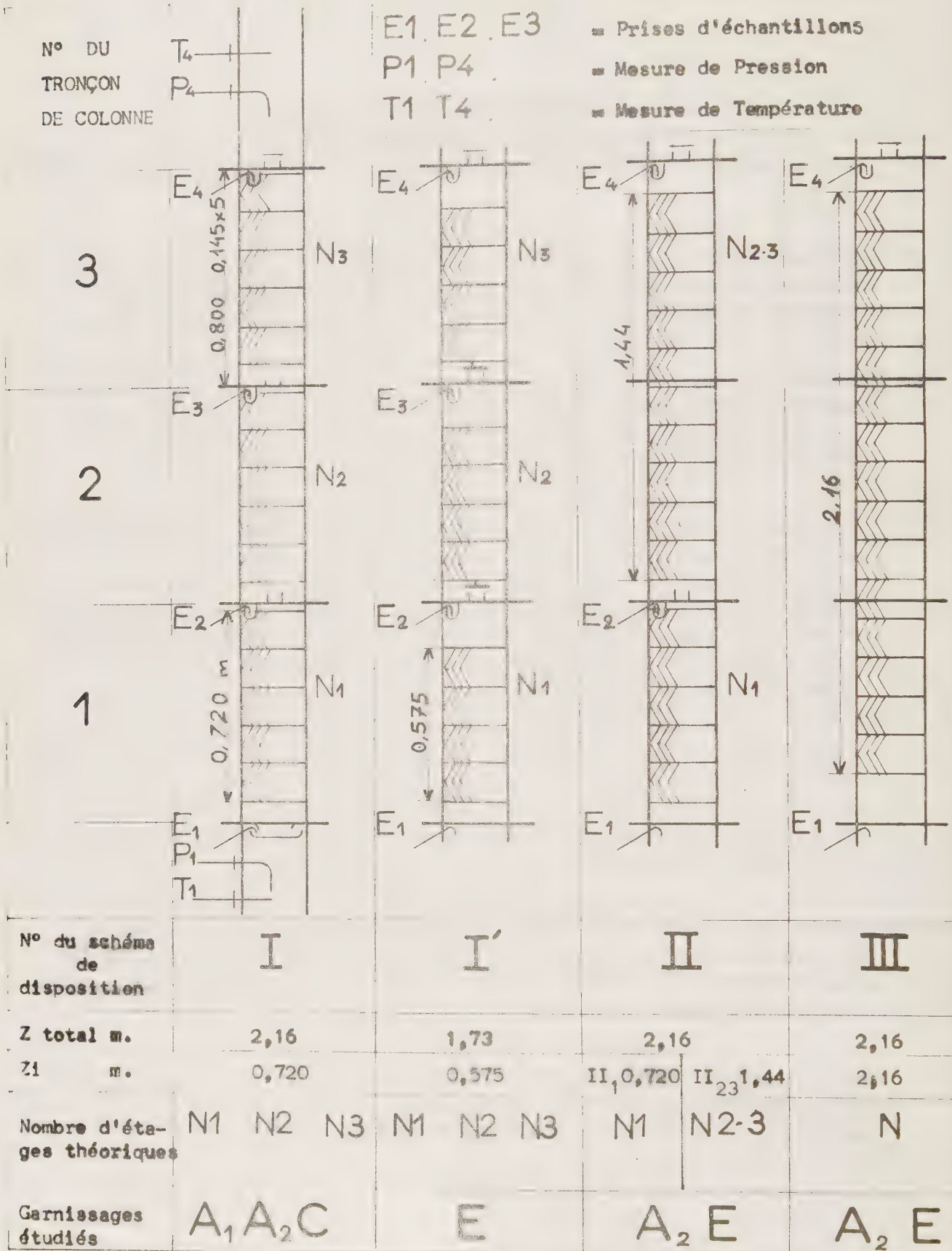
La vapeur s'élève dans la colonne garnie -1- où se produisent les transferts de chaleur et de matière avec les liquides d'alimentation et de reflux. Le condensat obtenu à la sortie du condenseur-3- peut éventuellement s'accumuler dans le réservoir R_5 , où il est repris par la pompe de reflux P_2 .

Les vannes pointeau V_2 et débitmètre D_3 , permettent de régler le débit de la pompe de manière que le niveau dans R_5 reste constant. A reflux total, l'électrovanne -12- est fermée, et tout le liquide est renvoyé en tête de colonne. Lorsque la vanne est ouverte, le distillat s'écoule dans le réservoir R_3 . Un doseur cyclique électronique permet le réglage du cycle d'ouverture et de fermeture de l'électrovanne pour fixer le taux de reflux désiré. Ce cycle peut être asservi à la température en tête de colonne.

La conduite de reflux -7- est munie d'un clapet anti-retour. Pendant que le réservoir R_5 se remplit de condensat, le réservoir R_4 reçoit le trop plein de la chaudière. Ainsi, le liquide du réservoir R_1 qui se vide peu à peu est séparé en un mélange enrichi en produit le plus volatil qui s'accumule dans R_3 , et en un mélange enrichi en produit le moins volatil qui s'accumule dans R_4 .

Avant que R_1 ne soit vide, on transvase dans le réservoir R_2 les contenus de R_3 et R_4 et par approximations successives, on y réalise un mélange analogue à celui de R_1 . On peut alors connecter R_2 à la pompe P_1 , et isoler R_1 . Cela permet des temps de fonctionnement aussi élevés que l'on veut, avec une masse de liquide réduite.

Tous les essais que nous reportons ont été conduits à reflux total, pour simplifier les manipulations et permettre des calculs d'efficacité plus précis. De ce fait tout le liquide vaporisé est rétrogradé en tête de colonne. En régime permanent, le débit d'alimentation est nul.



A₁ avec les anciens plateaux répartiteurs.

Fig. VII4-

Diverses dispositions des garnissages dans la section étudiée.

F - Diverses dispositions des garnissages dans la colonne

Afin de mettre en évidence l'influence de l'espacement des distributeurs sur l'efficacité, nous avons été amené à réaliser plusieurs dispositions des garnissages et des plateaux distributeurs. Nous avons schématisé sur la figure VII-4 les montages ayant conduit aux résultats les plus significatifs.

IV - METHODE DE MESURE

1°) Principe

Nous établissons dans la colonne un régime hydrodynamique et thermique stable. Il est contrôlé de façon continue par pointage et enregistrement de certaines grandeurs physiques.

Nous avons cherché à obtenir pour chaque essai des conditions de fonctionnement identiques, afin de pouvoir apprécier l'influence des paramètres étudiés. Cela nous a conduit à respecter les conditions suivantes :

- Même mélange pour tous les essais : Benzène-Trichloréthylène
- Concentrations dans le bouilleur et le condenseur comprises dans la zone la plus précise du diagramme d'équilibre : $15 \% < x < 85 \%$
- Pression constante en tête de colonne
- Température de reflux inférieure de 2 à 3°C par rapport à celle de tête de colonne
- Calorifuge identique
- Repérage des tampons en cote et en position angulaire
- Emploi des mêmes plateaux distributeurs pour tous les essais.

La colonne étant garnie selon un des montages de la figure VII-4, on choisit une puissance de chauffage maintenue ensuite pratiquement constante par la régulation automatique. On procède au réglage des divers débits et on attend que le régime se stabilise.

2°) Mesure des principales grandeurs physiques

P_1 : Pression en bas de colonne

P_4 : Pression en tête de colonne

ΔH : Perte de charge dans la colonne

T_1, T_2, T_3, T_4 : températures aux divers niveaux de la colonne

T_0, T_S : Températures d'entrée et de sortie de l'eau de refroidissement

E_1, E_2, E_3, E_4, E_5 : Points de prélèvement d'échantillons à divers niveaux de la colonne.

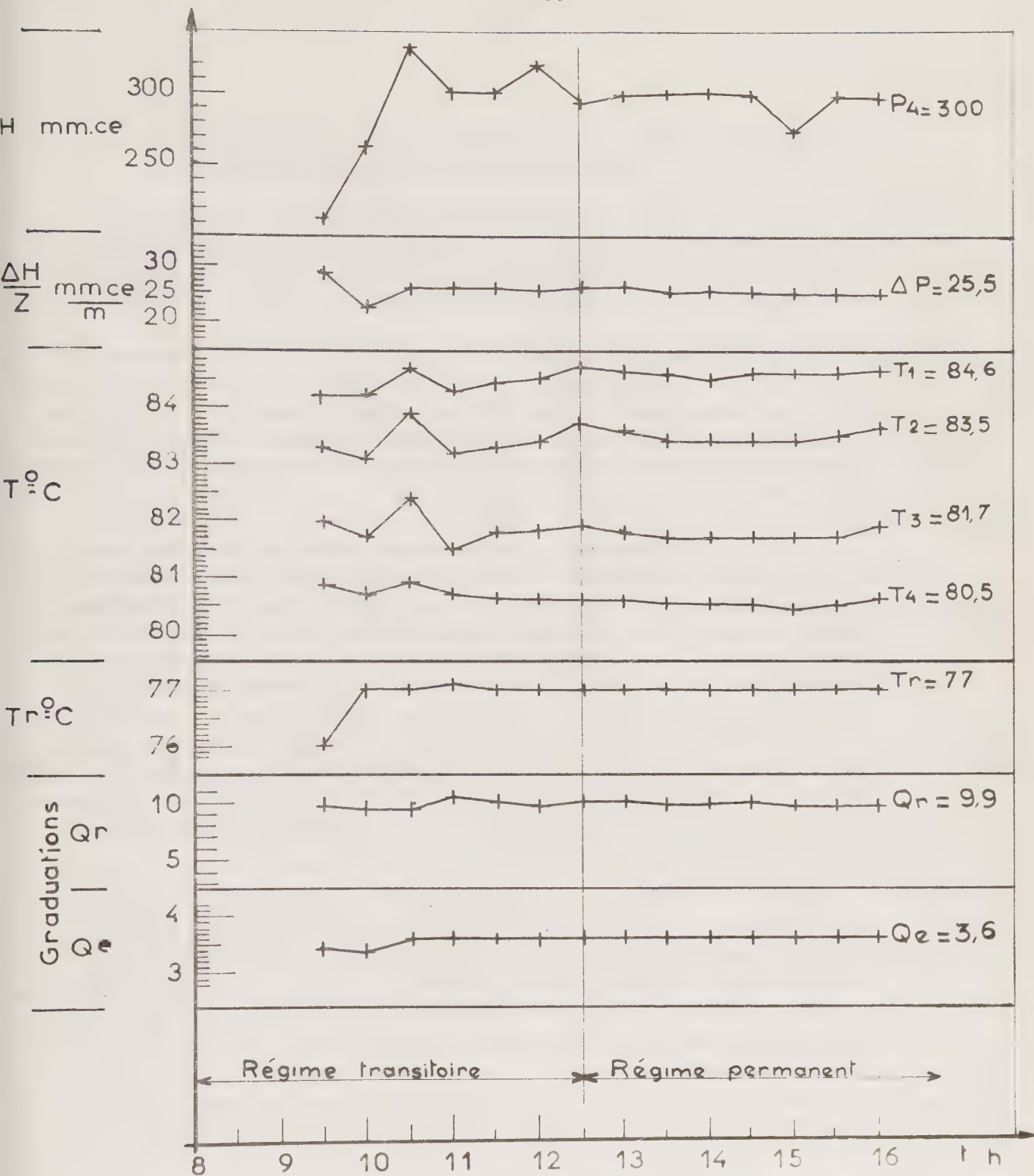
Pour chaque essai, ces diverses grandeurs sont consignées sur un graphique Figure VII-5 qui permet la détermination de la valeur moyenne correspondant au régime permanent.

Ces valeurs moyennes sont ensuite reportées sur un tableau VII-9 pour chaque série de manipulations. Elles permettent le calcul de l'efficacité et la détermination des conditions hydrodynamiques.

On mesure les pressions statiques relatives aux différents points avec des manomètres à benzène. Un manomètre différentiel donne directement la perte de charge relative à la hauteur garnie.

On peut admettre que le couplage thermique entre les thermoplongeurs et le liquide est parfait ; la puissance thermique s'obtient donc directement à partir de la puissance électrique consommée.

Les températures sont lues sur des thermomètres à mercure au $1/10^\circ$ disposés dans des doigts de gant en cuivre. Pour mesurer le débit de reflux Q_r , nous utilisons un rotamètre Otic-Fischer à l'échelle de 600 mm, qui présente une excellente sensibilité. Nous avons procédé à l'étalonnage préalable en respectant les conditions moyennes d'utilisation : température et concentration. Le débit d'eau Q_e est mesuré par un rotamètre Houdec. L'erreur relative sur Q_e et Q_r est estimée à 3 %.



Evolution des pressions, pertes de charge, températures, débits, au cours du déroulement d'un essai en colonne à distiller ϕ 235 mm.

Fig. VII -5-

3°) Prélèvement et analyse des échantillons

Pour le calcul du nombre d'étages théoriques de la colonne, il est nécessaire de connaître avec une bonne précision les concentrations molaires des mélanges obtenus aux deux extrémités de la hauteur garnie, d'où le soin apporté au système de prélèvement.

Certains auteurs (21) préconisent des prélèvements en phase gazeuse théoriquement plus représentatifs de la valeur moyenne de la concentration dans une section droite. D'autres (5) pensent au contraire que les échantillons doivent être prélevés en phase liquide en raison de la difficulté de prélever de la vapeur sans entraînement de gouttelettes.

Nous avons adopté cette dernière solution qui conduit à un dispositif plus simple. Le liquide issu d'un plateau distributeur est homogène. On récupère dans un récipient de 5 cm³, situé sous le plateau une partie de ce liquide, qui est bien représentatif de la concentration dans la section droite. Il convient de soutirer lentement l'échantillon par le siphon, pour éviter l'éjection de vapeur. Nous réalisons systématiquement des prises d'échantillons au-dessous de chaque distributeur et à la sortie du condenseur comme l'indiquent les schémas de la figure VII-4. Les prélèvements sont effectués toutes les heures, puis toutes les demi-heures dès que le régime permanent est atteint. Les échantillons sont conservés dans des erlenmeyers soigneusement bouchés et repérés.

Vu le nombre d'analyse : 60 à 80 par jour pour une seule mesure d'efficacité, nous avons adopté un dispositif d'analyse en série. Nous utilisons un réfractomètre Carl-Zeiss à prismes thermostatés interchangeables et cuve de chasse. Le mélange Benzène-Trichloréthylène couvre entièrement l'étendue de mesure du prisme n° 5, ce qui simplifie les manipulations et donne une très bonne précision aux analyses.

V - DETERMINATION DE L'EFFICACITE DES GARNISSAGES

Refaire pour chaque mesure la construction classique de MAC CABE et THIELE eut été fastidieux, aussi avons nous adopté une méthode graphique dérivée, fournissant directement un nombre d'étages théoriques à partir des résultats d'analyse.

1°) Méthode de calcul graphique des nombres de plateaux théoriques

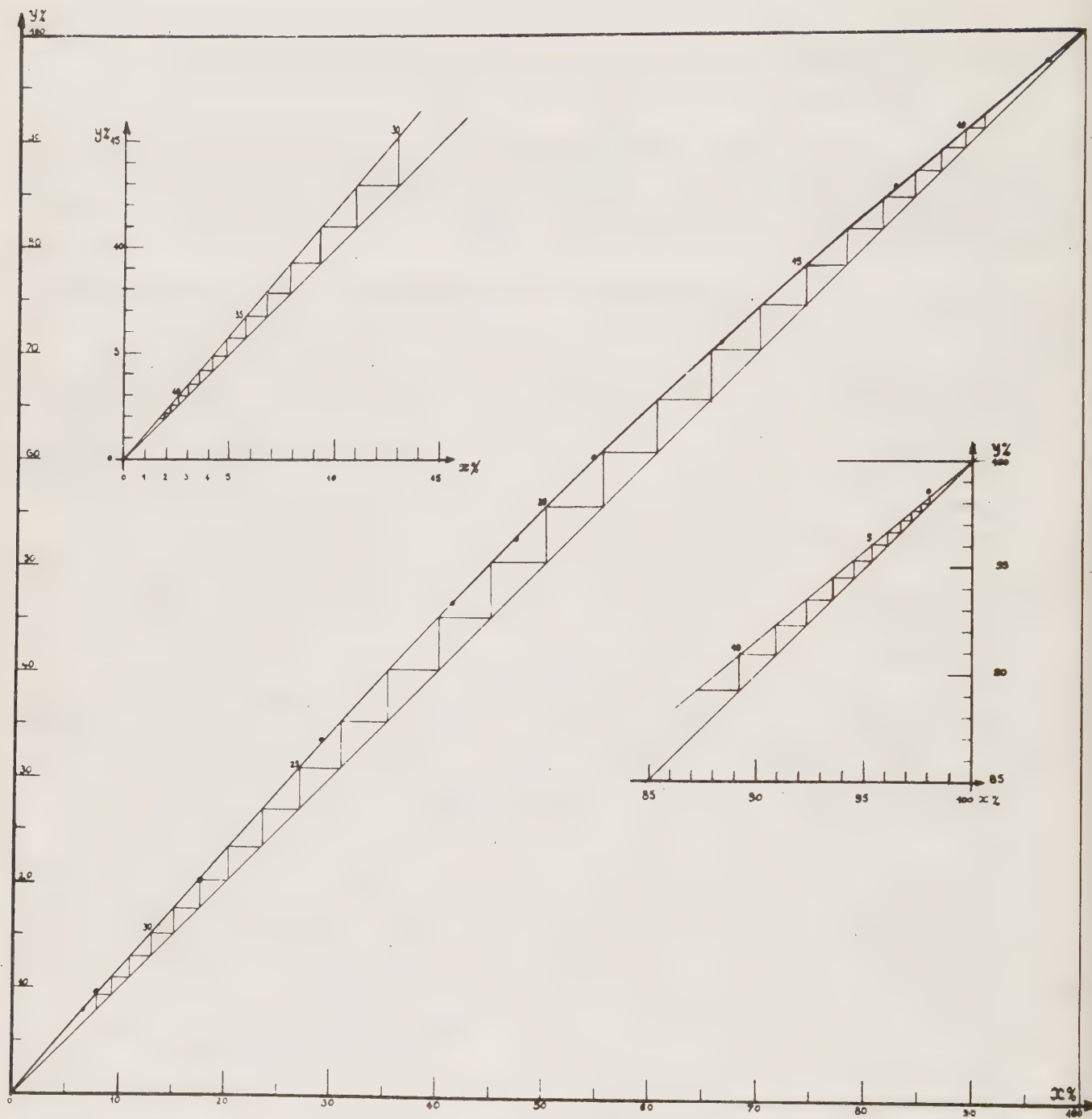
La courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange a été graduée en plateaux théoriques d'après la construction de MAC CABE et THIELE (40) (41) (44). L'origine de cette graduation a été choisie arbitrairement pour $x = 98 \%$. Nous avons ensuite combiné la courbe d'étalonnage du réfractomètre: $x = f(g)$, avec la courbe $N = f(x)$, de manière à obtenir une courbe $N = f(g)$ donnant alors un nombre d'étages N , à partir de la graduation (g) , lue au réfractomètre. Cette courbe est reportée sur la figure VII-7. Les résultats de l'analyse des échantillons sont portés sur un graphique donnant directement le nombre de plateaux théoriques en fonction du temps. La figure VII-8 montre à titre d'exemple des courbes $N = f(t)$ relatives à un essai.

Aux échantillons $E_1 \dots E_5$, correspondent respectivement les nombres de plateaux de l'échelle arbitraire : $N_1 \dots N_5$. Les courbes $N(t)$ étant tracées, on apprécie le début du régime permanent. On détermine le nombre de plateaux correspondant à chaque troçon de colonne, et le nombre total de plateaux : respectivement, N_1 ; N_2 , N_3 , N_t . Il suffit pour cela de mesurer pour chaque prélèvement les distances entre les courbes précédentes prises deux à deux. Le nombre de plateaux théoriques obtenu de cette manière est le résultat de la moyenne portant sur un minimum de 6 mesures, d'où une précision satisfaisante. Il est très facile de reconnaître une valeur aberrante et de ne pas en tenir compte ; (erreur d'analyse - défaut de prélèvement).

En régime permanent les courbes $N = f(t)$ figure VII-8 sont pratiquement parallèles. Les fluctuations observées résultent surtout du soin apporté aux prélèvements. On remarque une légère dérive des courbes due à ce que les prélèvements d'échantillons diminuent peu à peu la teneur moyenne du mélange initial en Benzène.

2°) Application de la méthode

Exemple : montage I¹, essai n° 16 076, garnissage MULTIKNIT type E.

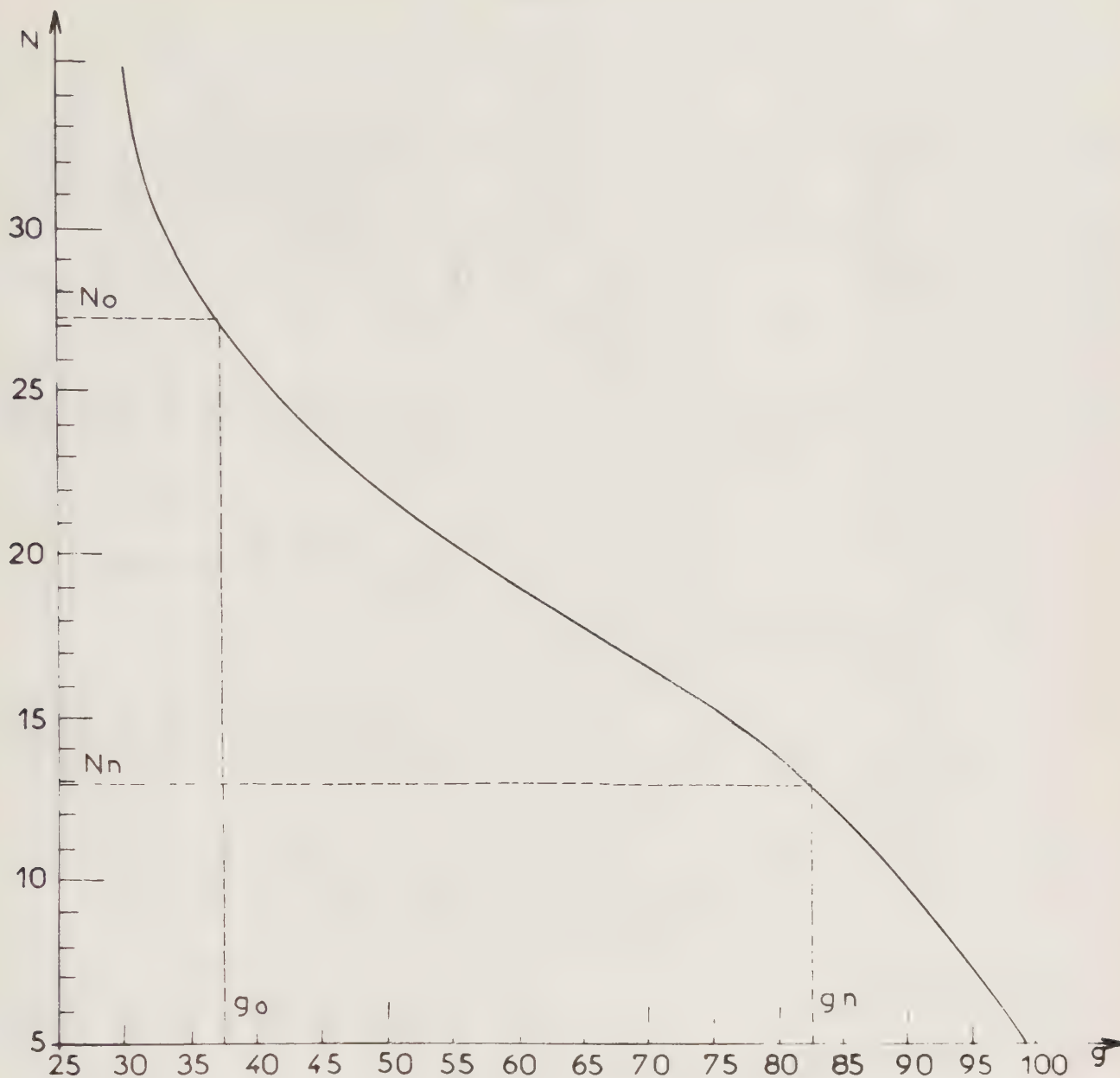


Mélange BENZENE-TRICHLORETHYLENE

Courbe d'équilibre liquide-vapeur

Construction de MAC CABBIE et THIELE

Figure VII-6



N = Echelle arbitraire graduée en plateaux théoriques
 g = graduation du réfractomètre correspondant à la concentration x de l'échantillon.

Détermination du nombre d'étages théoriques $N = (N_0 - N_n)$ fournis par un tronçon de colonne aux extrémités duquel les concentrations du liquide sont x_0 et x_n .

Fig. VII -7-

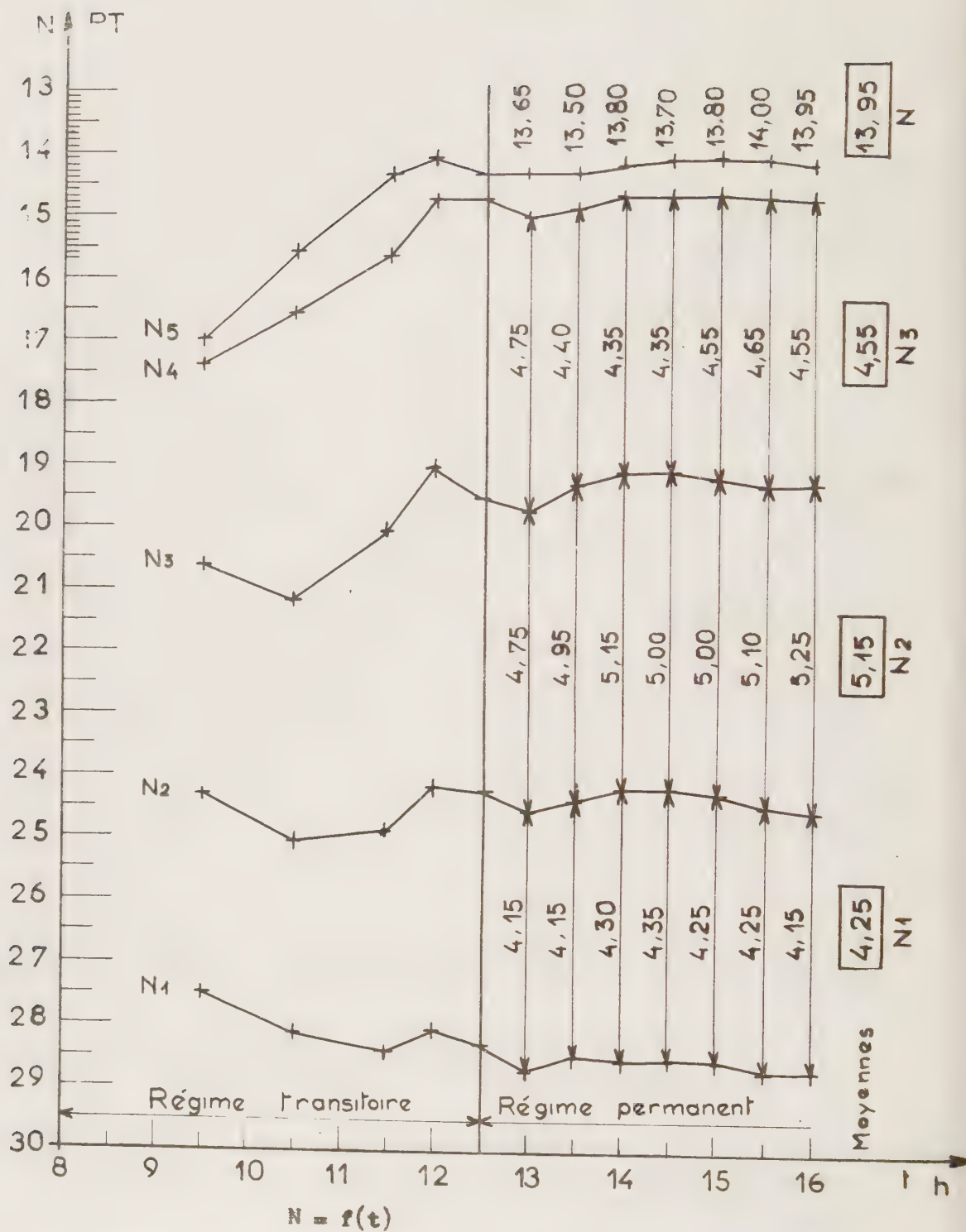


Fig. VII -8-

épérage des échantillons	E_1	E_2	E_3	E_4	E_5
ésultat de l'analyse : raduation g	34	42,6	57,6	74,5	75,4
chelle des étages éoriques N	29,5	24,6	19,8	15,4	15,2
ombre de plateaux théo- ques des 3 éléments e la colonne	N_1 4,9	N_2 4,8	N_3 4,4		
aleur moyenne corres- ondant au régime perma- ent.	4,8	4,6	4,6		

Concentration au-dessus du garnissage : $x_h = 72 \%$

Concentration en bas de colonne : $x_b = 14 \%$

Nombre total d'étages théoriques pour les 3 tronçons : 14

3°) Vérification de ce résultat : Construction de
MAC CABE et THIELE

$N = 14,1$ plateaux théoriques

Méthode de FENSKE (40) (41) (44) (46)

Nous utilisons la valeur de α déterminée précédem-
ment : $\alpha = 1,243$

La formule de FENSKE s'écrit :

$$N + 1 = \frac{1}{\text{Log} \alpha} \cdot \text{Log} \left(\frac{x_h}{1 - x_h} - \frac{1 - x_b}{x_b} \right)$$

Ici on n'a pas à retrancher le plateau théorique du
condenseur et du bouilleur, puisque les échantillons sont prélevés
respectivement en haut et en bas de la hauteur garnie, en phase liquide.

On obtient : $N = 13$ plateaux théoriques

Méthode de KUHN

Il s'agit là d'une méthode approchée (6) ne faisant pas intervenir α , mais un coefficient δ , relié empiriquement à l'écart des températures d'ébullition des deux constituants purs ; ΔT , par la relation :

$$\begin{aligned} \text{Log } \alpha &= \delta = 10,7 \frac{\Delta T}{T} & \Delta T &= 86,7 - 80,1 = 6,6^\circ \\ &= 0,198 & T &= 273 + 83,4 = 356,4^\circ \text{K} \end{aligned}$$

En appliquant la formule de FENSKE, on obtient :

N = 14,3 plateaux théoriques

L'écart moyen des trois valeurs calculées ci-dessus par rapport au résultat expérimental est :

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{0,47}{14} = +3,4 \%$$

Sa faible valeur montre que la méthode graphique utilisée est valable ; elle donne un résultat légèrement trop petit, ce qui est une sécurité.

4°) Précision sur la détermination de l'efficacité d'un garnissage

La H.E.P.T. est une grandeur obtenue après de nombreuses étapes intermédiaires, et qui cumule de ce fait les erreurs inhérentes à chacune. Dans nos déterminations, les sources d'erreur sont les suivantes :

- Prélèvement des échantillons
- Courbe d'étalonnage du réfractomètre et analyse des échantillons
- Courbe d'équilibre liquide-vapeur
- Construction de MAC CABE et THIELE
- Hauteur de garnissage utilisée

Leur examen montre que la principale résulte de la précision de la courbe d'équilibre.

La courbe d'équilibre moyenne, Figure VII-6, tracée à grande échelle, conduit à une construction graphique qui n'introduit pas d'erreur appréciable. On la gradue en étages théoriques.

Nous avons déterminé graphiquement le nombre d'étages théoriques correspondant à une séparation de 10 % à 90 % en utilisant la graduation de la courbe moyenne, et les constructions de MAC CABE relatives aux deux courbes limites de la zone d'incertitude.

Nous obtenons :

N moyen = 22,3 plateaux

N maximum = 25 plateaux

N minimum = 20,7 plateaux

$$\Delta N \text{ moyen} = 2,15$$

On peut alors calculer l'incertitude relative.

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{2,15}{22,3} = 9,6 \%$$

Incertitude relative sur H.E.P.T.

$$\text{H.E.P.T.} = \frac{Z}{N}$$

$$\frac{\Delta (\text{H.E.P.T.})}{(\text{H.E.P.T.})} = \frac{\Delta Z}{Z} + \frac{\Delta N}{N} \approx 10 \%$$

5°) Reproductibilité des mesures.

La reproductibilité des résultats expérimentaux ne dépend pas seulement de la précision de la méthode de mesure, elle dépend également des phénomènes aléatoires liés à l'établissement du régime permanent, et du garnissage considéré. Nous utiliserons les résultats des essais réalisés sur les garnissages type E, pour mettre en évidence chacune de ces causes.

a) Reproductibilité des mesures pour un même tronçon de colonne, le garnissage n'ayant fait l'objet d'aucune manipulation intermédiaire.

Nous donnons dans le tableau VII-10 les valeurs des nombres de plateaux théoriques correspondant au régime permanent pour un même tronçon de colonne. Les mesures reportées dans une même colonne ont été réalisées exactement dans les mêmes conditions, mais le plus souvent à plusieurs jours d'intervalle.

Référence de l'essai	I			I						II ₂	III ₁		III ₁	III ₂	
1 ^{re} mesure	4,3	4,3	3,7	4,8	4,6	4,6	2,6	4,3	5,6	9,1	8,6	8,8	14,5	15,2	15,2
2 ^{me} mesure	4,6	4,2	3,7	4,5	4,7	4,8	2,4	4,3	5,8	9,3	9,5	9,6	14	14,8	14,9
valeur moyenne	4,45	4,25	3,7	4,65	4,65	4,7	2,5	4,3	5,7	9,2	9,05	9,2	14,2	15	15,05
écart moyen	0,15	0	0	0,15	0,05	0,1	0,1	0	0,1	0,1	0,45	0,4	0,25	0,2	0,15
erreur relative %	3,4	0	0	3,2	1,1	2,15	4	0	1,8	1,1	5	4,4	1,8	1,4	1

Tableau VII 10

Référence de l'essai	I	I'	I'	II ₂ et III ₁		
1 ^{re} mesure	4,45	4,65	4,3	9,1	8,6	8,8
2 ^{me} mesure	4,25	4,65	5,7	9,3	9,5	9,6
3 ^{me} mesure		4,70				
valeur moyenne	4,35	4,67	5	9,2	9,05	9,2
écart moyenne	0,10	0,024	0,70	0,10	0,45	0,40
erreur relative %	2,3	0,5	14	1,1	5	4,4

Tableau VII 10 bis

Les erreurs relatives sur ces résultats comparables deux à deux varient de 0 à 5 % et sont comprises dans le domaine d'incertitude précédemment calculé.

L'erreur relative moyenne est : 2,2 %

On peut donc conclure que la reproductibilité des résultats est satisfaisante pour un même garnissage.

b) Reproductibilité des mesures pour divers tronçons de colonnes identiques, le garnissage ayant subi des manipulations intermédiaires.

La comparaison de l'efficacité de deux tronçons de colonnes identiques, garnis de matériaux analogues, ou d'un même tronçon de colonne après démontage et remontage de son garnissage permet d'étudier la reproductibilité des résultats pour divers garnissages analogues. On se reportera aux valeurs contenues dans le tableau VII-10 bis. Les erreurs relatives sur ces résultats varient de 0,5 à 14 % mais une seule valeur dépasse 5 % aussi peut-on admettre que la reproductibilité est satisfaisante pour plusieurs garnissages du même type.

6°) Calcul de H.U.T. à partir de H.E.P.T.

Dans de nombreuses applications il est nécessaire de connaître la valeur de la hauteur d'unité de transfert qui est mieux adaptée que la H.E.P.T. à une analyse différentielle des mécanismes d'échange. Plusieurs formules semi-empiriques permettent de calculer H.U.T. à partir de H.E.P.T.

La formule la plus générale est celle de SUROWIEG (65). D'autres formules impliquent les conditions suivantes :

- Courbe d'équilibre aussi rectiligne que possible, de pente m
- Droite opératoire bien définie de pente $\frac{G}{L}$

Ces conditions étant remplies, nous pouvons appliquer les deux formules suivantes :

a) ELGIN et WEISS proposent l'expression

$$\frac{H.E.P.T.}{H.U.T.} = \frac{m G/L - 1}{\text{Log}_n m G/L} \quad (46) \text{ p. 246}$$

A reflux total : $G/L = 1$

A l'intérieur des deux limites d'utilisation pratique de la courbe d'équilibre on a :

$$\begin{array}{l} \text{soit} \quad 0,85 \ll m \ll 1,1 \\ \quad \quad 0,92 \ll \frac{\text{H.E.P.T.}}{\text{H.U.T.}} \ll 1,09 \end{array}$$

b) On peut aussi écrire d'après PARIS

$$\frac{\text{H.U.T.}}{\text{H.E.P.T.}} = 0,5 \frac{m}{G/L} + 0,5 \quad (50) \text{ p. 319}$$

Pour les mêmes limites de m , on obtient

$$0,95 \ll \frac{\text{H.E.P.T.}}{\text{H.U.T.}} \ll 1,08$$

Les deux résultats sont en excellent accord. L'incertitude relative sur la détermination de H.E.P.T. est de 10 %, comme les valeurs de H.E.P.T. et de H.U.T. diffèrent de moins de 8 % on peut considérer qu'elles s'expriment par les mêmes nombres.

Pour l'ensemble de nos essais nous aurons donc :

$$\text{H.E.P.T.} \neq \text{H.U.T.}$$

VI - DETERMINATION DU REGIME HYDRODYNAMIQUE DE LA COLONNE.

Pour donner une signification complète aux mesures d'efficacité, il faut les exprimer en fonction d'une grandeur caractérisant le régime hydrodynamique de la colonne. Nous avons choisi la vitesse comme variable dans tous les diagrammes de perte de charge et de rétention, nous la prendrons également pour les diagrammes d'efficacité.

A - Détermination d'une vitesse corrigée U_c

Nous nous proposons de calculer U et L qui sont les 2 paramètres principaux d'une étude hydrodynamique, afin de pouvoir comparer les résultats obtenus en colonne à distiller, aux résultats des essais en colonne "air-eau".

L'emploi d'une vitesse corrigée permet la comparaison des caractéristiques dynamiques des garnissages utilisés avec des liquides très différents de ceux que nous avons essayés. Certains auteurs (34) comparent l'efficacité des garnissages en utilisant le produit $\rho_G U$; Les anglo-saxons emploient le "F facteur": $F = U \sqrt{\rho_G}$ (5)

Ces expressions, ne faisant intervenir que la masse volumique du gaz, sont imparfaites.

L'expression :

$$U \sqrt{\frac{\rho_G}{\rho_a \rho_L}} \quad (33)$$

présente l'inconvénient de ne pas avoir la dimension d'une vitesse.

Pour rendre sans dimension le quotient sous le radical, nous utilisons l'expression :

$$U_c = U \sqrt{\frac{\rho_G \rho_e}{\rho_a \rho_L}} \quad \text{dans laquelle}$$

ρ_G = masse volumique du gaz

ρ_L = masse volumique du liquide

ρ_e = masse volumique de l'eau

ρ_a = masse volumique de l'air

Dans les conditions de la colonne à distiller.

Dans les conditions normales 760 mm Hg : 20°C

en posant

$$\gamma = \sqrt{\frac{\rho_G \rho_e}{\rho_a \rho_L}} = \text{coefficient de vitesse.}$$

on a

$$U_c = \gamma U$$

Les mesures en colonne "air-eau" seront directement comparables aux résultats exprimés en fonction de la vitesse corrigée U_c puisque

$$\gamma = 1$$

B - Calculs préliminaires.

a) Calcul du volume molaire moyen

- volume molaire en tête de colonne :

$$V_{Mh} = 28.3. 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

- Volume molaire en fond de colonne :

$$V_{Mb} = 28.5. 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

Nous prendrons, pour les calculs ultérieurs, un volume molaire moyen pour l'ensemble de la colonne :

$$\underline{V_M = 28.4. 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}}$$

b) Calcul des caractéristiques du mélange en fonction de la concentration x.

Les chaleur latente molaire, chaleur spécifique molaire, masse molaire, masse volumique, seront calculées par interpolation graphique linéaire entre les valeurs correspondant aux corps purs

	Unité	Bourène	Trichlorethylène
C_{1M}	Cal/mole	7.383	7.516
c_M	Cal/mole°C	38,3	30,0
M	kg/kmole	78,10	131,40
L	kg/m ³	879	1466

C - Calcul de la vitesse des vapeurs dans la colonne supposée vide : U

La connaissance de cette vitesse est essentielle pour la suite de l'étude, nous la calculerons nous par diverses méthodes, et

sur leur contribution au volume.

3) Calcul de $\bar{C}$ à partir de la puissance thermique de $\bar{Q}_{\text{ref}}$ (W/m²)

On suppose que le volume est adiabatique.
On suppose $\bar{Q}_{\text{ref}}$ à l'échelle thermique de l'évaporation en Cal/g .
Les vitesses dans la colonne sont :

$$v = \frac{Q_{\text{ref}}}{C_{\text{ref}}} \quad \frac{V_{\text{ref}}}{Q}$$

Exemple numérique : $\bar{Q}_{\text{ref}} = \frac{10000}{3600} = 2.78 \text{ Cal/g}$

$$v_1 = 1.5 \text{ m/s}$$

$$v_2 = 0.5 \text{ m/s}$$

$$C_{\text{ref}} = 3.492 \text{ Cal/mole}$$

$$C_{\text{ref}} = 0.078 \text{ Cal/mole}$$

$$V_{\text{ref}} = 10 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

$$V_{\text{ref}} = 10 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

On obtient :

$$C_1 = 0.748 \text{ m}^3/\text{s}$$

$$C_2 = 0.748 \text{ m}^3/\text{s}$$

Si erreur relative dans $\bar{Q}_{\text{ref}}$ est de 1 % on peut admettre que la mesure est comparable avec toute la section garnie.

4) Calcul de $\bar{C}$ à partir du débit de reflux

On suppose que le volume est adiabatique. On suppose que l'entraînement de liquide avec le condensat est négligeable. Le calcul de $\bar{C}$ à partir du débit de reflux est donc la mesure directe à la partie supérieure de garnissage. Nous obtenons :

$$C_1 = \text{débit de reflux en kg/s, puis par conséquent :}$$

$$C_2 = C_{\text{ref}} - C_{\text{ref}} - C_1$$

T_r = température de reflux °C

T_h = température en haut de colonne °C

$$\Delta T = (T_h - T_r)^\circ\text{C}$$

M_h = masse molaire du mélange en tête de colonne.

Le flux thermique au sommet du garnissage est égal au flux thermique correspondant au débit de vapeur issue de la colonne, augmenté du flux thermique correspondant au réchauffage du liquide de reflux de T_r à T_h .

L'application de la méthode de MAC CABE suppose que le liquide rétrogradé est à la température d'ébullition du mélange en tête de colonne. Cette condition est irréalisable pratiquement, quel que soit le dispositif de condensation. Nous avons contrôlé en permanence l'écart ΔT et l'avons maintenu à la valeur moyenne de $3^\circ\text{C} \pm 1,5^\circ\text{C}$. Il nous a semblé intéressant de connaître l'effet de cet écart de température sur la valeur de la vitesse calculée en tête de colonne.

Si F_{th2} est grand, une condensation anormale de la vapeur au sommet du garnissage peut alors se produire, provoquant un reflux parasite de liquide pouvant entraîner des erreurs importantes d'efficacité.

F_{th1} : Flux thermique correspondant à la vapeur issue de la colonne (ou au distillat)

$$F_{th1} = \frac{Q_r \int_{Lh} C_{lMh}}{M_h}$$

F_{th2} : Flux thermique de réchauffage du reflux.

$$F_{th2} = \frac{Q_r \int_{Lth} C_{Mh} \Delta T}{M_h}$$

$$F_{th} = F_{th1} + F_{th2}$$

Application à l'exemple précédent.

$$P_{th} = 36\,000\text{ W} \quad x_h = 85\%$$

$$C_{lMh} = 7.378 \text{ cal/mole}$$

$$c_{Mh} = 37,1 \text{ cal/mole}^\circ\text{C}$$

$$T = 3^\circ\text{C}$$

$$\rho_L = 970 \text{ kg/m}^3$$

$$M_h = 85,2 \text{ kg/mole}$$

$$V_{Mh} = 28,3 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

$$Q_r = 1,01 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$$

On obtient :

$$F_{th1} = 8500 \text{ cal/s}$$

$$F_{th2} = 127 \text{ cal/s}$$

$$F_{th} = 8627 \text{ cal/s}$$

d'où

$$U = 0,76 \text{ m/s}$$

si on néglige F_{th2} , on obtient $U = 0,75 \text{ m/s}$.

Etant donné l'écart très faible que nous maintenons entre T_r et T_h , on peut tenir pour négligeable le flux thermique de réchauffage du reflux, et son incidence sur la vitesse de vapeur en haut de colonne.

Examinons les deux valeurs de U_h obtenues précédemment par deux méthodes différentes dans les mêmes conditions.

$$U_{h1} = 0,758 \text{ m/s calculée à partir du flux thermique de vaporisation en supposant la colonne adiabatique.}$$

$$U_{h2} = 0,760 \text{ m/s calculée en haut de colonne à partir du débit de distillat.}$$

La bonne concordance de ces deux résultats montre que la colonne peut être considérée comme adiabatique.

3°) Calcul du coefficient de vitesse

Afin de définir une valeur de f unique pour tous les essais en colonne à distiller (conditions opératoires analogues), calculons f_b et f_h respectivement en bas et en haut de la hauteur garnie. Nous prendrons comme références les valeurs des masses volumiques moyennes de l'air et de l'eau dans les conditions expérimentales de la colonne "air-eau".

$$\rho_e = 10^3 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_a = 1,2 \text{ kg/m}^3$$

en bas de colonne on a :

$$\begin{aligned}x_b &= 15 \% \\L &= 1\,380 \text{ kg/m}^3 \\M_b &= 127 \text{ kg/kmole} \\V_{Mb} &= 28,5 \text{ m}^3/\text{kmole}\end{aligned}$$

$$\rho_G = \frac{127}{28,5} = 4,45 \text{ kg/m}^3$$

d'où $\gamma_b = 1,64$

De la même manière, on obtient $\gamma = 1,63$ en tête de colonne.
Pour le calcul de U_c , nous prendrons $\gamma = 1,63$

4°) Bilan thermique de l'installation.

Pour évaluer les pertes de chaleur de la colonne, nous faisons le bilan thermique total de l'installation.

Nous donnons à titre d'exemple le calcul relatif à la puissance maximum du bouilleur :

$$Q_e = 0,23 \text{ kg/s.}$$

$$T_o = 11,5^\circ\text{C} ; T_S = 46^\circ\text{C} ; T = 34,5^\circ\text{C}$$

$$P_{th \text{ cond}} = 7.950 \text{ cal/s (puissance de condensation)}$$

$$P_{th \text{ vap.}} = 8.610 \text{ cal/s (puissance de vaporisation)}$$

$$P_{th \text{ réch.}} = 127 \text{ cal/s (puissance de réchauffage du reflux)}$$

$$\text{Fuites thermiques} = P_{th \text{ vap.}} - P_{th \text{ cond}} - P_{th \text{ réch.}}$$

$$= 533 \text{ cal/s.}$$

soit 6,2 % de la puissance de vaporisation.

Il faut remarquer que ces fuites thermiques correspondent à la totalité de la chaleur perdue dans le bouilleur, la colonne, la conduite d'amenée des vapeurs au condenseur, et le circuit de reflux.

La part revenant à la colonne est donc très faible.

La vitesse U sera calculée à partir de la puissance moyenne de chauffage correspondant au régime permanent, par la relation :

$$U = 0,653 P_{th} / C_{Mlb}$$

La vitesse corrigée U_c , obtenue par la relation $U_c = 1,63 U$ sera la variable de tous les diagrammes d'efficacité et de

perte de charge. Le tableau VII-14 est donné à titre d'exemple et correspond à la série d'essais relatifs au garnissage MULTIKNIT type E et au schéma de montage n°1 figure VII-4 . Il contient toutes les données expérimentales pour le calcul de : U_c , $\frac{\Delta H}{Z}$, $\frac{\Delta H}{N}$ et L.

VII - RESULTATS OBTENUS EN COLONNE A DISTILLER DE
DIAMETRE 235 mm.

Les garnissages A_1 - A_2 - E étudiés ici correspondent aux caractéristiques physiques statiques données dans le tableau II-7.

Essai A_1 : Garnissage MULTIKNIT initial avec distributeur et redistributeur initiaux.

Essai A_2 : Garnissage MULTIKNIT initial avec distributeur et redistributeur définitifs.

Essai E : Garnissage MULTIKNIT cloisonné avec distributeur et redistributeur définitifs.

A - Description et résultats de l'essai A_1

1°) Le matériau de garnissage :

Il est constitué de MULTIKNIT simple obtenu à partir de la bande gaufrée initiale dont le gaufrage était peu accusé. Les tampons avaient été enroulés sans méthode réellement adaptée.

2°) Disposition des garnissages dans la colonne.

La colonne est composée de 7 tronçons superposés. Chaque tronçon comporte 5 tampons, soit une hauteur garnie de 0,720 m, et un plateau redistributeur.

3°) Description du système distributeur.

Il est constitué d'un plateau reposant sur 3 appuis et laissant une couronne annulaire libre pour le passage des vapeurs. Le liquide de la paroi est renvoyé dans le plateau par une bavette cônica.

La distribution est assurée en 7 points répartis dans la section droite, par débordement au-dessus de cheminées arasées à la même cote. Les vapeurs peuvent passer par le centre des cheminées, si bien que la section libre du plateau est égale à la moitié de la section de la colonne.

L'inconvénient majeur de ce système distributeur est qu'il implique une horizontalité parfaite des arêtes des déversoirs.

4°) Hauteur garnie.

$$Z_i = 0,720 \text{ m} ; Z_t = 3,60 \text{ m}$$

5°) Résultats.

Ils sont consignés dans le tableau VII-11.

Les courbes $\Delta H/Z$ et $H.E.P.T. = f(U_c)$ correspondantes se trouvent rassemblées sur la figure VII-13. Nous remarquons que la H.E.P.T. tend à augmenter avec la vitesse, pour atteindre au-dessus de $U_c = 0,9$ m/s des valeurs très élevées. L'augmentation du débit ne favorise donc pas la répartition des écoulements dans le garnissage. Les résultats obtenus sont insuffisants.

Compte tenu du nombre de paramètres intervenant dans le problème, et des difficultés de manipulation sur une colonne à distiller de grandes dimensions, il s'avère nécessaire d'analyser les défauts des garnissages et d'y remédier.

Le fonctionnement d'un garnissage est sous la dépendance de conditions extérieures : disposition des matériaux, distribution, redistribution des phases ; et de conditions intérieures : Structure, uniformité état de surface. Nous nous sommes efforcé de les étudier séparément.

6°) Cheminements préférentiels.

Lors du premier démontage de la colonne, nous avons remarqué sur chaque face des tampons extraits, des traces d'oxydes divers déposés en certains endroits précis. Ces oxydes provenaient du nettoyage de l'installation ; les particules les plus fines avaient été entraînées à travers les filtres par le liquide de reflux. Le dépôt s'était produit dans la micro-structure capillaire du garnissage, trahissant le passage de la phase liquide en des endroits préférentiels.

Au-dessous des plateaux distributeurs on remarquait nettement les points de chute des filets incidents. Dès la sortie du premier tampon commençaient à apparaître des zones bien localisées. Au delà du 3ème tampon, on pouvait observer des traces très nettes, et en nombre réduit, où le liquide devait s'écouler abondamment, pendant que la vapeur passait dans les parties libres. Dès lors, on comprend que l'efficacité d'un tel garnissage soit très faible.

C'est donc à l'étude des écoulements dans le garnissage que nous nous sommes intéressés en premier lieu. Les essais correspondant ont fait l'objet des chapitres précédents.

B - Description et résultats de l'essai A₂

Les essais hydrodynamiques nous ont permis de définir les conditions de distribution du liquide et du gaz. Ils nous ont conduit à certaines modifications de structure. Pour montrer maintenant l'influence des nouvelles conditions extérieures, déterminées en colonne "air-eau", sur l'efficacité, nous avons renouvelé sur le garnissage

Nombre de		U	U _c	N	H.E.P.T	Δ H	Δ H/Z	Δ H/N
thermoplongeurs		m/s	m/s	P T	m	mm ce	mmce/m	mmce/PT
engorgement préalable	1	0,06	0,10	14,5	0,25	9	2,5	0,62
	2	0,24	0,39	12,6	0,29	18	5	1,43
	3	0,37	0,60	9,2	0,39	36	10	3,92
	4	0,50	0,81	10	0,36	61	17	6,10
	5	0,62	1,01	5,3	0,68	96	27	18
	6	0,75	1,22	4,9	0,71	150	43,5	31
	6			4,9		166		
	6			5		156		
	6			5,4		155		
				moyenne 5,05		moyenne 157		

Garnissage A₁ ; Z_t=3,60 m ; Z_i = 0,720 m.

Tableau VII 11

U	U _c	N ₁	N ₂	N	H.E.P.T	Δ H	Δ H/Z	Δ H/N
m/s	m/s	P T	P T	P T	m	mm ce	mmce/m	mmce/PT
0,28	0,46	5,40	0,80	6,25	0,184	23	20	3,68
0,42	0,68	3,90	1,80	5,70	0,202	43	37	7,50
0,56	0,91	4,35	3,10	7,45	0,155	68	59	9,10
0,69	1,12	3,10	2,70	5,80	0,198	86	76	14,80
0,84	1,37	3,20	3,27	6,47	0,178	119	103	18,40

Garnissage A₂ ; Z = 1,15 m ; Z_i = 0,575 m. montage I'

Tableau VII 12

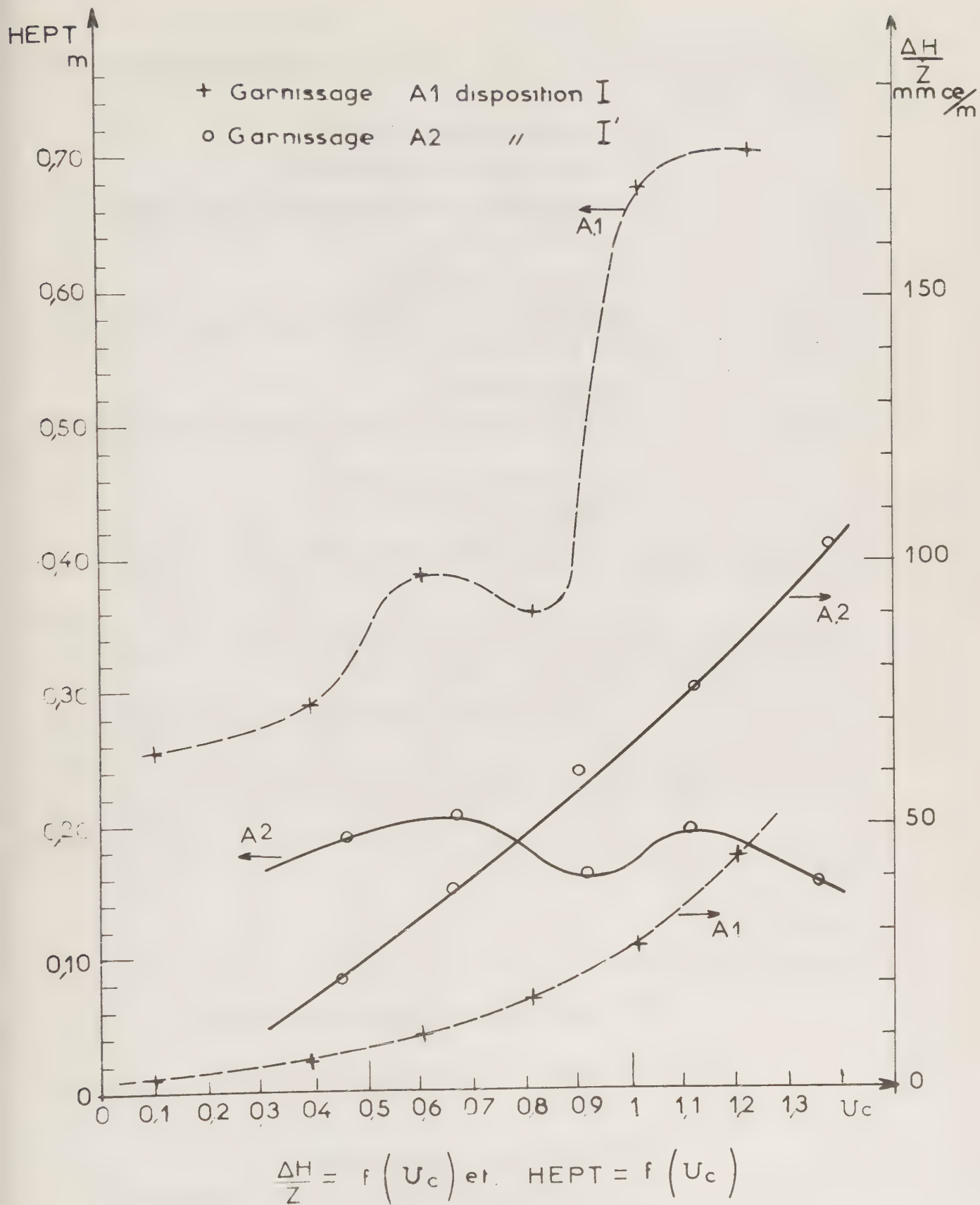


Fig VII 13

précèdent les essais en colonne à distiller, en utilisant le plateau distributeur définitif.

1°) Matériau de garnissage.

Le même que celui de l'essai A_1

2°) Disposition des garnissages dans la colonne.

Schéma I' figure VII-4

3°) Système distributeur.

Nous avons utilisé le plateau distributeur n°3 étudié au chapitre IV voir figure IV-1 et IV-2.

4°) Hauteur garnie.

La partie utile de la colonne à distiller est constituée de deux éléments.

$$Z_i = 0,575 \text{ m} ; Z_t = 1,15 \text{ m}$$

5°) Résultats.

Ils sont consignés dans le tableau VII-12 et reportés sur la figure VII-13.

Contrairement à l'essai précédent, la H.E.P.T. diminue lorsque U_c augmente. Il semblerait donc qu'un meilleur mouillage de la structure se produise à régime élevé.

La perte de charge a pratiquement doublé par rapport à l'essai A_1 , mais l'efficacité est améliorée dans des proportions telles que la perte de charge, ramenée à un plateau théorique, se trouve réduite environ de moitié, comme le montre l'exemple suivant pour $U_c = 1,3 \text{ m/s}$.

	H. E. P. T. m	$\Delta H/Z$ mm ce/m	$\Delta H/N$ mm ce/P.T.
Essai A_1	0,71	50	35
Essai A_2	0,16	105	17

C - Description et résultats de l'essai E.

1°) Matériau du garnissage: MULTIKNIT cloisonné type E.

2°) Disposition des garnissages :

Nous utiliserons pour cet essai les dispositions I - I' - II - III - de la figure VII-4.

3°) Système distributeur

Plateau n° 3 comme pour l'essai A₂

4°) Hauteur garnie.

Variable suivant les dispositions utilisées : voir figure VII-4.

5°) Résultats.

Les résultats des principaux calculs relatifs à l'essai E avec le montage I sont résumés dans le tableau VII-14 à titre d'exemple.

Le tableau VII-15 indique les principaux résultats obtenus avec les divers montages réalisés. n représente le nombre de thermoplongeurs utilisés.

Le tableau Figure VII-16 permet de calculer les nombres de plateaux théoriques moyens à partir de valeurs obtenues dans des conditions analogues. De ces valeurs moyennes sont déduites les H. E. P. T.. On peut tracer la courbe Figure VII-17 et 18 donnant H. E. P. T. = f(U) et $\frac{\Delta H}{Z} = f(U)$ à $Z_1 = \text{Cte}$.

Nous traçons également les courbes figure VII-19 traduisant la variation de H. E. P. T. en fonction de la hauteur garnie entre 2 plateaux redistributeurs et les courbes figure VII-20 traduisant la variation de la perte de charge par étage théorique en fonction de Z_1 et de la disposition des garnissages.

Nous nous efforcerons au paragraphe XI d'exploiter l'ensemble de ces résultats pour étudier l'influence de certains paramètres.

Garnissage MULTIVAP Type E. Montage.

Dimensions des garnisseurs

$$\begin{aligned} Z &= 0,15 \text{ m} \\ Z_t &= 0,75 \text{ m} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S &= 4,35 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2 \\ \gamma &= 1,63 \end{aligned}$$

N° essai		N° operation	28.055	1.064	2063	4.062	8.066	18.065	
Pth vap.	cal/s	1	7100	5600	4.200	2730	8400	7100	
ΔH	mmce	2	129	48,5	22,4	12,3	206	137	
$\Delta H/Z$	mmce/m	3	59,5	22,4	10,4	5,7	95,5	63	
$\Delta H/N$	mmce/p.T.	4	2/21	10,5	3,18	1,56	0,95	14,4	11
T_1	°C	5	85	84,5	84,6	85,6	86,8	85,9	
T_5	"	6	81	80,2	80,5	81,5	81,8	81,5	
T_r	"	7	78,1	77,6	77	76,5	79,1	78,8	
ΔT	"	8	6-7	2,9	2,6	3,5	5	2,7	2,7
Q_r	m ³ /s	9	$8,3 \cdot 10^{-5}$	$5,7 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$2,3 \cdot 10^{-5}$	$9,11 \cdot 10^{-5}$	$7,8 \cdot 10^{-5}$	
X_h	%	10	87,7	90,8	86,7	76,5	83,2	78,5	
ρ_{lh}	Kg/m ³	11	950	930	960	1.150	975	1.050	
Q_r	Kg/s	12	$12\frac{1}{4}, 35 \cdot 10^{-2}$	$7,89 \cdot 10^{-2}$	$5,3 \cdot 10^{-2}$	$3,84 \cdot 10^{-2}$	$2,64 \cdot 10^{-2}$	$8,87 \cdot 10^{-2}$	$8,17 \cdot 10^{-2}$
L	Kg/m ² s	13	1,81	1,22	0,89	0,61	2,02	1,88	
X_b	%	14	31,5	29,5	25,5	19	19	22	
C_{lmb}	cal/mole	15	$\frac{1}{15} 0,653$	7.457	7.468	7.474	7.485	7.485	7.480
U	m/s	16	0,62	0,49	0,37	0,24	0,75	0,62	
U_c	m/s	17	16-1,63	1,01	0,80	0,60	0,39	1,22	1,01
N_3	P.T.	18	3,7	4,2	4,5	4,2	3,6	3,7	
N_2	"	19	4,3	4,8	4,8	5	4,9	4,2	
N_1	"	20	4,3	6,3	5	3,7	5,8	4,6	
N	"	21	12,3	15,3	14,3	12,9	14,3	12,5	

Tableau V calcul de $\Delta H/Z$, $\Delta H/N$, U_c , N pour quelques essais relatifs à une disposition des garnissages dans la colonne.

Garnissage MULTIKNIT Type E

Récapitulation des résultats en colonne à distiller Ø 235 mm

N° schéma de disposition		Z	r	Z	i	n	U	m/s	N ₁	N ₂	N ₃	N	ΔH mm _{ce}	$\frac{\Delta H}{Z}$	$\frac{\Delta H}{N}$
Fig VII 4				6	0,75				5,8	4,9	3,6	14,3	206	95,5	14,4
I		2,16	0,72	0	5	0,62			4,3	4,3	3,7	12,3	129	59,5	10,5
				5	0,62				4,6	4,2	3,7	12,5	137	63	11
				4	0,49				6,3	4,8	4,2	15,3	48,5	22,4	3,18
				3	0,37				5	4,8	4,5	14,3	22,4	10,4	1,56
				2	0,24				3,7	5	4,2	12,9	12,3	5,7	0,95
I'				6	0,74				4,8	4,6	4,6	14	72,8	40,4	5,2
		1,73	0,575	6	0,74				4,5	4,7	4,8	14	70,4	39,1	5,04
				5	0,62				3,8	5,2	4,3	13,3	49,6	27,6	3,71
				4	0,50				2,6	4,3	5,6	12,5	31,2	17,35	2,5
				4	0,49				2,4	4,3	5,8	12,5	30,4	16,90	
				3	0,36				2,2	4,5	5,9	12,6	20,8	11,55	1,65
II	1			6	0,75				5		5,5	14,1	150	69,5	10,6
		2,16	0,72	5	0,62				4,6		5,2	13,2	110	51	8,3
				4	0,50				5,3		5,5	14,1	47,5	22	3,4
	2			6	0,75				N _{2,3} → 9,1						
		2,16	1,44	5	0,62					8,6					
				4	0,50					8,8					
III	1	2,16		6	0,75					9,3		14,5	82,7	38,3	5,7
				5	0,62					9,5		15,2	54,5	25,2	3,6
				4	0,50					9,6		15,2	35	16,2	2,3
	2	2,16		6	0,75							14	81,8	36,3	5,85
				5	0,62							14,8	58,5	25,5	3,96
				4	0,50							14,9	32,8	14,6	2,2
				3	0,37							14,7	21	9,32	1,4

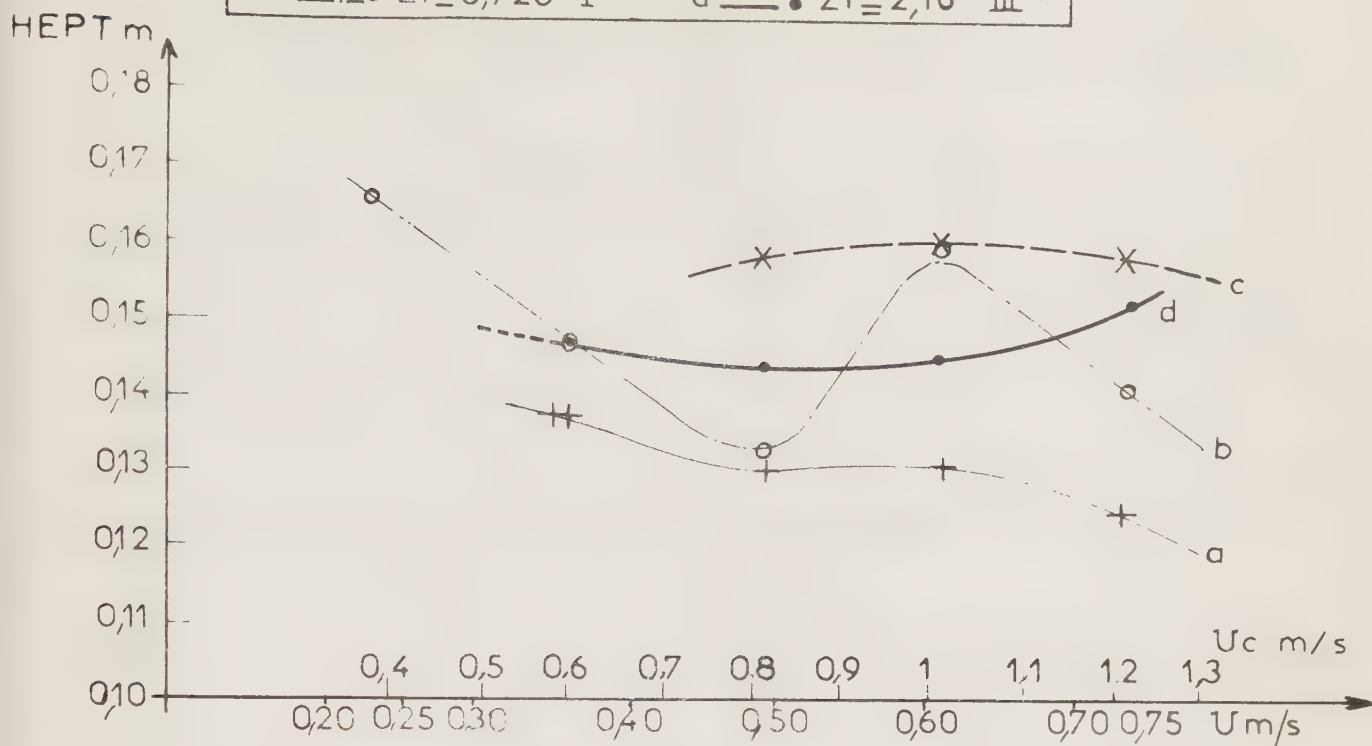
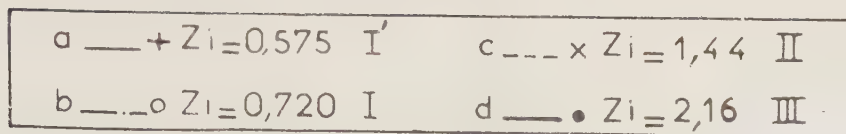
(1) Ces valeurs sont erronées en raison d'un défaut de montage du distributeur.

Garnissage MULTIKNIT Type E

Essais en colonne à distiller ϕ 235 mm

	$U_{m/s}$	0,75		0,62		0,50		
Z_i	Réf	N_i	HEPT	N_i	HEPT	N_i	HEPT	HEPT
m	n	P.T	m	P.T	m	P.T	m	moy. m
	I'	4,8		3,8				
	"	4,6		5,2		4,3		
0,575	"	4,6		4,3		5,6		
	"	4,5						
	"	4,7						
	"	4,8						
	moy.	4,67	0,123	4,44	0,130	4,45	0,130	0,127
	I	5,8		4,3		6,3		
	"	4,9		4,3		4,8		
0,720	"	4,9	étude de l' engor- gement préa- lable					
	"	5,1		4,6				
	"	4,9						
	"	4,6		4,2				
	II ₁	5		4,6		5,3		
	II ₁	5,5		5,2		5,5		
	moy.	5,1	0,141	4,54	0,159	5,48	0,131	0,144
	II ₂	9,1		8,6		8,8		
1,44	III ₁	9,3		9,5		9,6		
	moy.	9,2	0,157	9,05	0,159	9,2	0,157	0,158
	III ₁	14,5		15,2		15,2		
2,16	III ₂	14		14,8		14,9		
	moy.	14,25	0,151	15	0,144	15,05	0,143	0,147

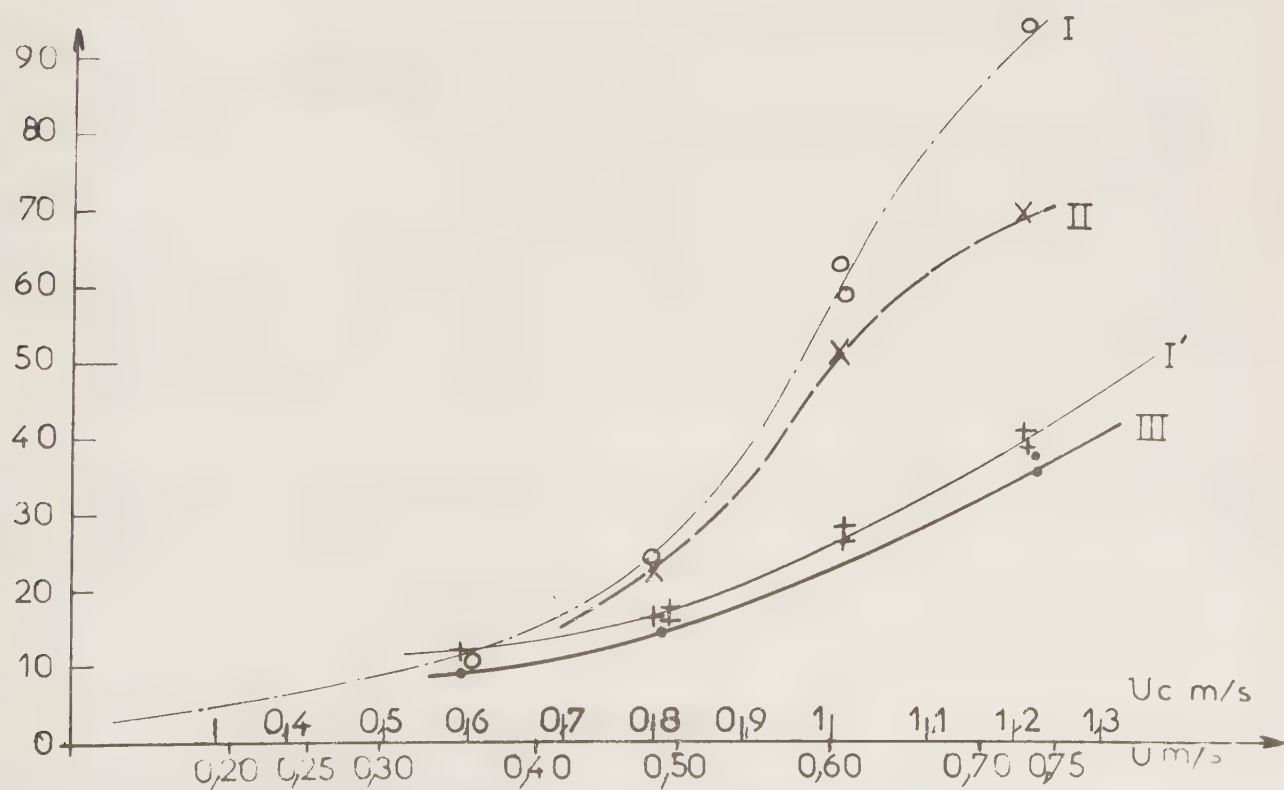
Calcul de H.E.P.T. en fonction de Z_i .



$\Delta H/Z = f(U)$ pour diverses valeurs de Z_i

Fig. VII -17 -

$\Delta H/Z$ mmce/m



$\Delta H/Z = f(U)$ pour diverses dispositions des garnissages et des plateaux.

Fig. VII -18-

$\frac{\Delta H}{Z}$ mm ce/m

Fig. VII -19-

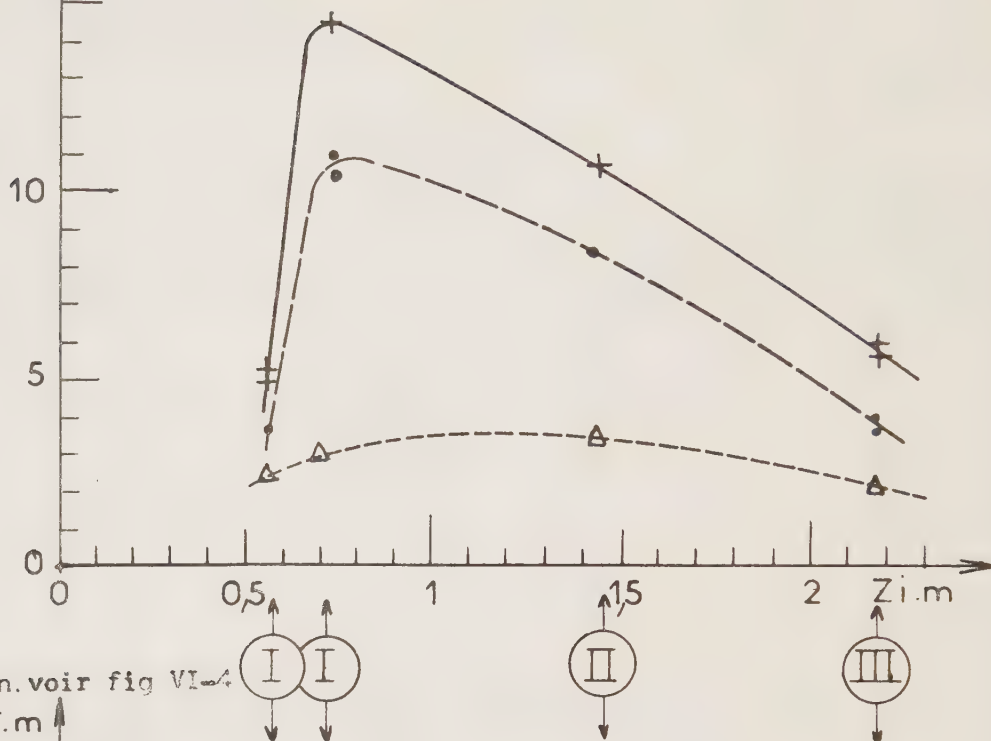
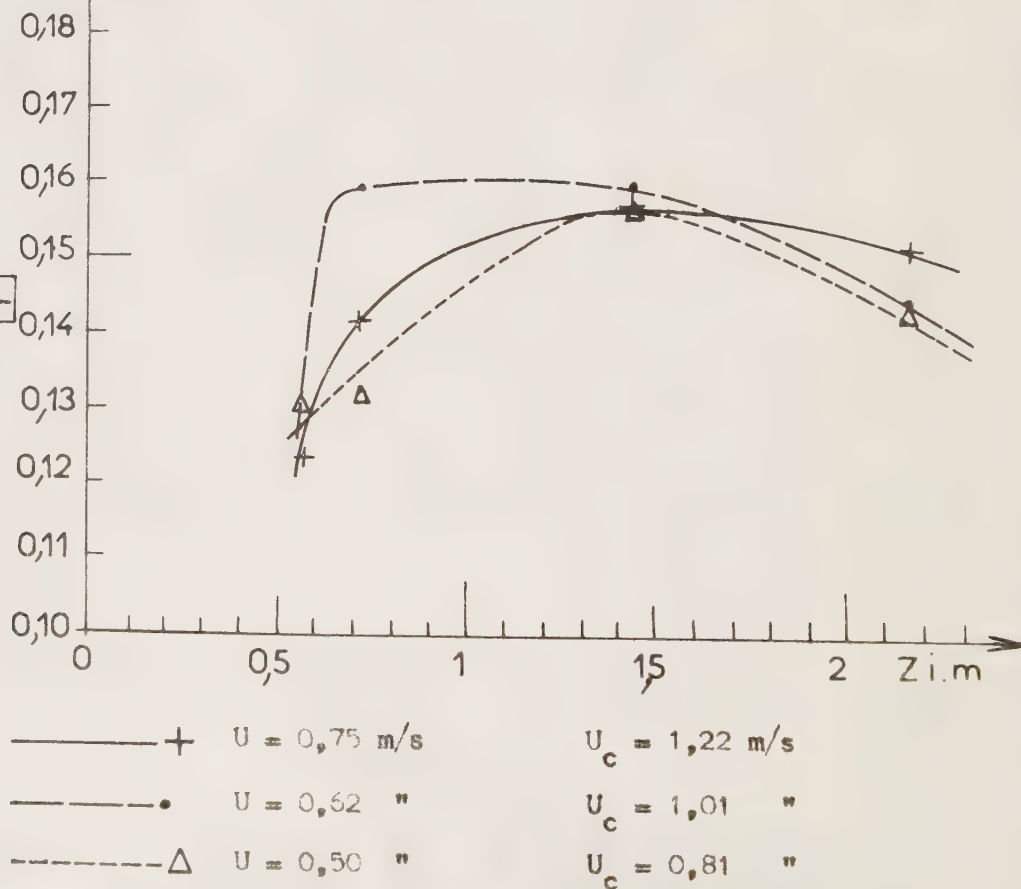


Fig. VII -23-



Perte de charge et H.F.P.T. en fonction de la vitesse et de la disposition des garnissages.

VIII - ESSAIS EN COLONNE DE LABORATOIRE DIAMETRE 25 mm.

L'efficacité de tous les garnissages existant est largement tributaire du diamètre de la colonne et, d'une façon très générale, diminue lorsque le diamètre augmente. (46) p.242 (41) (42).

Il n'est pas dans nos possibilités de réaliser, dans des conditions analogues des essais " en " colonnes de diamètres différents pour déterminer la courbe $H.E.P.T. = f(\varnothing \text{ colonne})$ à U_c constante, toute chose égale d'ailleurs.

Cette influence du diamètre est, pour la plupart des garnissages, négligeable au-dessous de 30 à 40 mm de diamètre, aussi avons nous choisi une colonne de diamètre 25 mm pour obtenir la valeur maximum de l'efficacité de nos matériaux.

Ces essais en colonne de laboratoire ont un double but :

- 1 - Obtenir des résultats d'efficacité et de perte de charge relatifs aux garnissages MULTIKNIT spéciaux pour colonne de laboratoire.
- 2 - Permettre de mesurer l'efficacité d'un échantillon de garnissage pour colonne industrielle, afin d'obtenir la limite inférieure de la H.E.P.T.

A - Essais des garnissages MULTIKNIT pour colonne de laboratoire.

Les essais de garnissages de laboratoire présentent pour l'étude actuelle un intérêt restreint car leur structure est sensiblement différente de celle des garnissages pour colonne de plus grand diamètre. Compte tenu du diamètre relativement faible de ces colonnes, le contact gaz-liquide à contre-courant s'y produit dans les meilleures conditions car des écoulements préférentiels sont plus exceptionnels.

L'étude de ces garnissages a été réalisée par la société PROLABO (64) que nous remercions d'avoir bien voulu nous communiquer les résultats suivants :

- Mélange Ethylbenzène-Chlorobenzène, et Benzène Tétrachlorure. de carbone.
- Pression atmosphérique
- Reflux total
- $Z_i = 0,50 \text{ m}$
- $\varnothing_i = 25 \text{ mm}$

Caractéristiques des garnissages MULTIKNIT pour colonnes de laboratoire

$$\begin{aligned} m &= 525 \text{ kg/m}^3 \\ s &= 2.150 \text{ m}^2/\text{m}^3 \\ \mathcal{E} &= 93 \% \end{aligned}$$

Les résultats relatifs à des essais à la pression atmosphérique sont rassemblés dans le tableau suivant et reportés sur la figure VII-23.

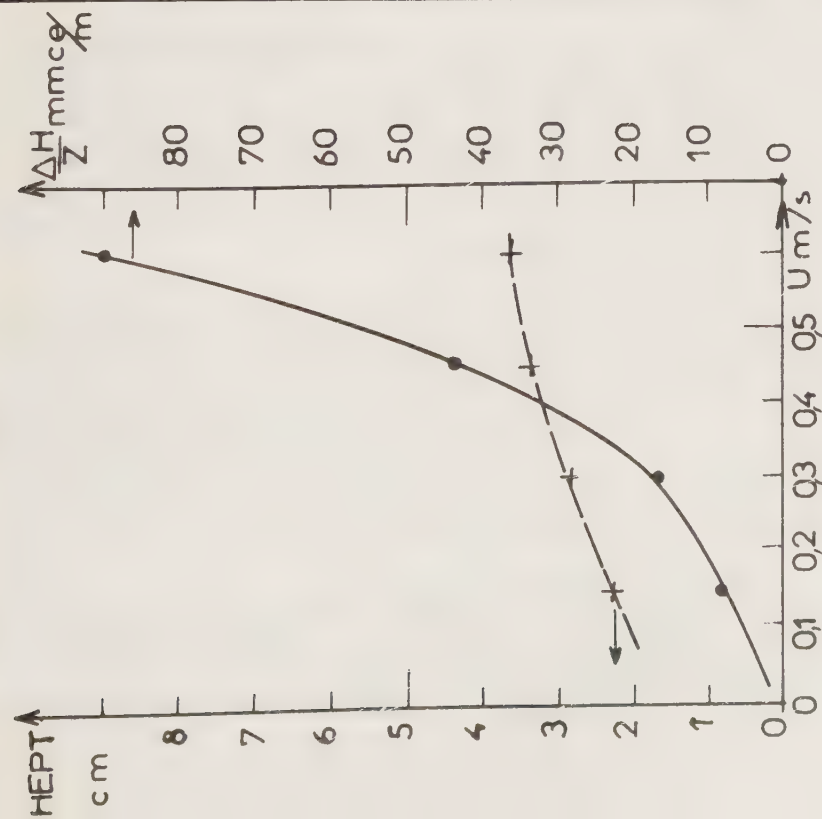
U	m/s	0,15	0,30	0,45	0,60
N	P.T.	22	18	15	14
H.E.P.T.	cm	2,27	2,78	3,33	3,57
ΔH	mm ce	4	8	22	45
$\frac{\Delta H}{Z}$	mm ce/m	8	16	44	90

Tableau VII-21

Influence de la pression. Les résultats suivants sont relatifs à un débit massique constant. L'efficacité est caractérisée par le rapport entre la H.E.P.T. obtenue à la pression atmosphérique et celle mesurée sous la pression P.

P mm Hg	$(\text{H.E.P.T.})_{760} / (\text{H.E.P.T.})_P$
760	1
300	1,3
50	1,4

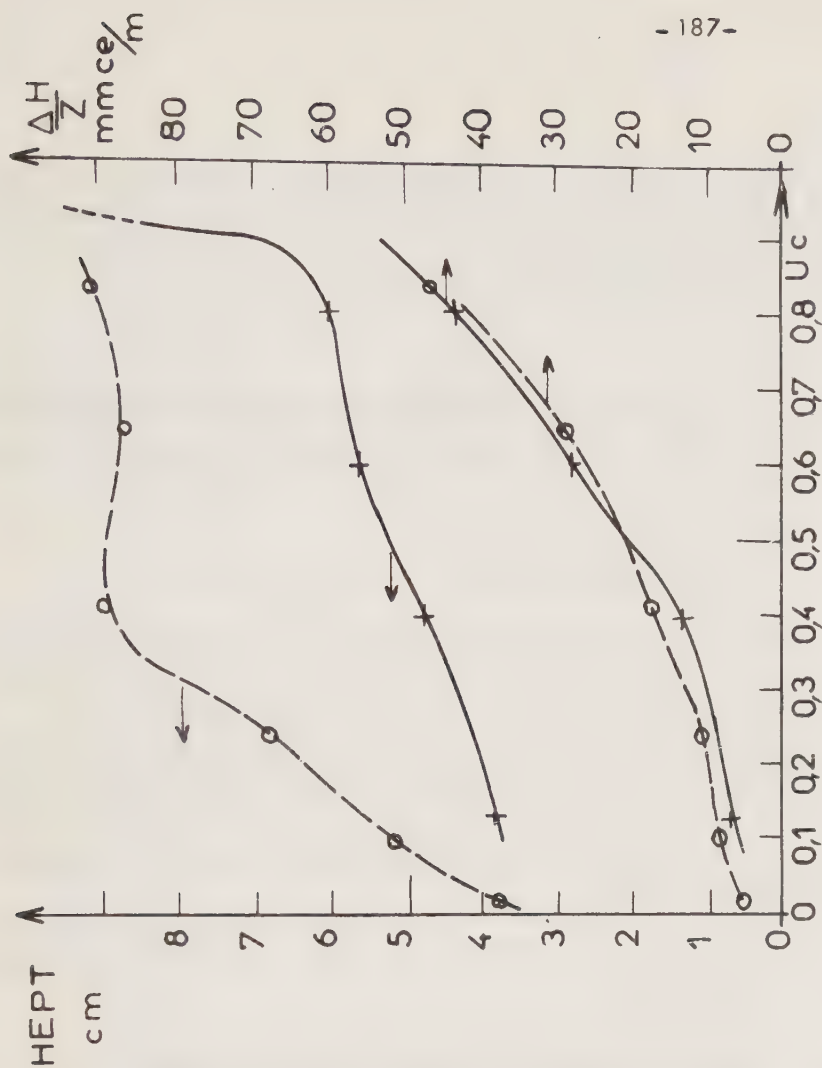
Tableau VII-22



H.E.P.T. et $\Delta H/Z = f(u)$
 Colonne ϕ 25 mm, $Z = 0,50$ m
 Mélange : Benzène - Toluène
 Reflux total.

Garnissage MULTIKNIT pour colonne de
 Laboratoire.

Fig. VII -23-



Z = 0,72 m
 Mélange : Benzène - Trichloréthylène
 Reflux total.

H.E.P.T. et $\Delta H/Z = f(u)$ élément de
 garnissage MULTIKNIT pour colonne
 industrielle.

Fig. VII -24-

Nous voyons que l'efficacité augmente quand on réduit la pression de marche. Cette constatation a été faite également par STRUCK et CORLISS (61) pour plusieurs types de garnissages contrairement à l'opinion généralement admise.

B - Essais d'un élément de garnissage MULTIKNIT simple en colonne à distiller diamètre 25 mm

1°) But de cet essai

En isolant un morceau de garnissage d'un tampon de grand diamètre, et en le disposant dans la cellule d'essai (chapitre V) nous avons pu faire une analyse locale des écoulements. Dans le même esprit, nous avons cherché à mesurer la H.E.P.T. limite d'un garnissage disposé dans des conditions aussi voisines que possible de celles qui existent au sein d'un tampon de grand diamètre. Cela est assez difficilement réalisable et nous conduit à attacher beaucoup d'attention aux points suivants.

- Réalisation d'un échantillon de garnissage représentatif,
- Adiabatisation de la colonne,
- Distribution du liquide et de la vapeur.

Si le cloisonnement d'un garnissage type E jouait parfaitement son rôle, on pourrait considérer la colonne ainsi garnie comme constituée d'un ensemble de colonnes élémentaires identiques juxtaposées et fonctionnant dans les mêmes conditions. Pour chacune de ces colonnes élémentaires la H.E.P.T. serait faible, puisque non affectée par les écoulements préférentiels. La H.E.P.T. de la colonne multiple serait égale à celle d'une colonne élémentaire.

Un échantillon de garnissage dont la structure est comparable à celle d'un tampon de grand diamètre, disposé dans une colonne de diamètre 25 mm, matérialise une de ces colonnes élémentaires fictives. Les H.E.P.T. obtenues dans une telle colonne peuvent être considérées comme les valeurs limites auxquelles devrait tendre l'efficacité d'un garnissage de diamètre quelconque, si des écoulements préférentiels n'y prenaient naissance.

2°) Description sommaire de l'appareillage et de la méthode.

Nous utilisons pour ces essais une unité de distillation de laboratoire.

La colonne de diamètre intérieur 25 mm peut être garnie sur une hauteur $Z = 0,80$ m. Elle est, soit isolée par une double enceinte vidée et argentée intérieurement (colonne adiabatique), soit simplement calorifugée par de la laine de verre.

Le liquide de reflux est distribué au-dessus du garnissage par un goutteur un peu excentré. Les gouttes tombent irrégulièrement, et on admet que cette distribution est conforme à celle fournie par un de nos plateaux.

Les vapeurs arrivent au-dessous du garnissage après un trajet de plusieurs centimètres dans la colonne vide.

L'installation fonctionne sous atmosphère d'azote.

Le débit de liquide de rétrogradation est mesuré au bas du garnissage dans une capacité jaugée de 10 cm³ située dans la colonne. Ce dispositif n'introduit aucune perturbation sur l'équilibre thermique. Le contrôle du débit à intervalles réguliers permet de savoir à quel moment la colonne est en régime permanent.

La perte de charge est mesurée, par visée au cathétomètre pour les dénivellations inférieures à 10 mm.

La H.E.P.T. est calculée selon une méthode analogue à celle utilisée pour la colonne à distiller diamètre 235 mm à partir d'échantillons de liquide prélevés au bas de la colonne et dans le condensat.

Mélanges utilisés :

Nous avons utilisé les mélanges Benzène-Tétrachlorure de carbone et Benzène-Trichloréthylène, en employant les mêmes liquides que ceux de la colonne diamètre 235 mm.

3°) Résultats

Pour déterminer l'influence de l'adiabatisme de la colonne nous avons fait 2 séries d'essais : l'une dans une colonne mal calorifugée, l'autre dans la colonne adiabatique. Les résultats de ces essais sont consignés dans le tableau VII-25 page 194, et représentés par les courbes figure VII-24.

On remarque une diminution très nette de la H.E.P.T. si la colonne est adiabatique.

Pour mettre en évidence l'influence du mélange test, nous avons utilisé les mélanges Benzène-Toluène et Benzène-Tétrachlorure de carbone. Les résultats obtenus avec le premier de ces mélanges ont conduit à une séparation parfaite du Benzène, rendant tout calcul de

H.E.P.T. très imprécis.

Le mélange Benzène-Tétrachlorure de carbone a fourni des H.E.P.T. environ 10 % plus élevées que celles obtenues avec le mélange Benzène-Trichloréthylène.

IX - ESSAIS INDUSTRIELS EN COLONNE DIAMETRE 275 mm

Nous avons pu éprouver le comportement de nos matériaux dans les conditions de marche d'appareils industriels grâce à la collaboration d'une importante société chimique de la région lyonnaise qui a bien voulu accepter de réaliser ces essais sur une de ses colonnes de production garnie par nos soins. Nous tenons à remercier vivement tous ceux qui ont collaboré à ces travaux.

A - Description de l'appareillage et de la méthode de mesure.

Nous avons confectionné les garnissages, les avons mis en place, et avons participé au dépouillement des résultats.

- 1 - Le garnissage est du type cloisonné (E)
- 2 - Les distributeurs sont conformes au modèle n°3 figure IV-1
- 3 - La colonne est constituée de 2 tronçons identiques de diamètre intérieur 275 mm, pouvant être munis chacun d'un plateau distributeur. Chaque tronçon est garni de 9 tampons, soit une hauteur de 1,30 m.

Nous donnons ici les résultats relatifs au tronçon supérieur, seul muni d'un plateau distributeur.

4 - Les échantillons sont prélevés en phase liquide dans le condensat, et en phase vapeur au milieu de la colonne. Le bouilleur d'une très grande capacité (1800 l) est alimenté en permanence par le soutirage de tête, ainsi la concentration y est pratiquement constante.

$$x = 50 \% \pm 1 \%$$

Les analyses sont réalisées par densitométrie au Picnomètre ; elles sont vérifiées par la méthode de KARL - FISCHER, les résultats sont en bon accord.

5 - Les mesures d'efficacité sont réalisées avec le mélange : Méthanol-eau. Les chaleurs de vaporisation pour des températures de 66 à 75°C sont respectivement :

Méthanol : 8,34 Kcal/mole (40) p; 216
Eau : 10 Kcal/mole

Les courbes d'équilibre du mélange, construites à partir de moles réelles ou de moles thermiques sont très voisines et nous négligerons cette correction pour les calculs d'efficacité. Les nombres

d'étages théoriques obtenus par la construction de MAC CABE et THIELE seront donc légèrement plus faibles que la valeur réelle, d'où une efficacité mesurée minimale.

6 - Le fonctionnement de la colonne relatif à la mise en régime correspond au reflux total ; on contrôle le régime permanent en observant la constance du débit de reflux et de la puissance thermique dissipée au condenseur, pendant au moins 1/2 heure. On règle alors le taux de reflux à la valeur souhaitée.

Le soutirage de tête est envoyé dans le bouilleur. On mesure le débit de reflux Q_r et le débit de soutirage Q_s .

B - Essais préliminaires

1°) But des essais

Il s'agit de déterminer la capacité maximum et la perte de charge de la colonne à reflux total, jusqu'au régime d'engorgement.

2°) Calcul de L

En tête de colonne nous avons du Méthanol pratiquement pur ($x_h = 98\%$ à 99%) ; c'est à ce niveau que nous calculons L.

$$S = 5,95 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

$$\rho_L = 800 \text{ kg/m}^3$$

3°) Calcul du volume molaire en tête de colonne

$$P = 760 \text{ mm Hg}$$

$$M = 32,04 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mole}$$

$$T = 343^\circ\text{C}$$

$$V_M = 22,4 \cdot 10^{-3} \frac{343}{273} = 28,1 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

Densité de la vapeur en tête de colonne.

$$\rho_G = \frac{32,04}{28,1} = 1,15 \text{ kg/m}^3$$

4°) Calcul de la vitesse dans la colonne

$$U = \frac{P_{th} \cdot v_M}{C_{LM} \cdot S}$$

Composition de la vapeur en fond de colonne :

$$\left| \begin{array}{l} 78 \% \text{ Méthanol} \\ 22 \% \text{ Eau} \end{array} \right.$$

Calculons la vitesse en fond de colonne et en tête de colonne pour $P_{th} = 23\,000 \text{ cal/s}$.

En fond de colonne :

$$C_{lMb} = 0,78 \times 8,34 + 22 \times 10 = 8,7 \cdot 10^{-3} \text{ cal/mole de mélange}$$

$$U_{Mb} = 28,1 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

$$C_{lMb} = 8,7 \cdot 10^{-3} \text{ cal/mole}$$

$$S = 5,95 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

On trouve :

$$U_b = 1,25 \text{ m/s.}$$

En haut de colonne :

$$T_h = 65^\circ \text{C} = 338^\circ \text{K}$$

$$v_{Mh} = 22,4 \times \frac{338}{273} = 27,7 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mole}$$

$$C_{lMh} = 8,340 \text{ cal/mole}$$

On trouve :

$$U_h = 1,28 \text{ m/s}$$

En admettant que la colonne est adiabatique, on trouve la vitesse en haut de colonne à peine supérieure à celle en bas de colonne.

La vitesse sera donc calculée au bas de la colonne.

5°) Calcul de ~~4~~

$$\sqrt{\frac{\rho_G \cdot \rho_e}{\rho_a \cdot \rho_L}} = \sqrt{\frac{1,15 \cdot 1\,000}{1,20 \cdot 800}} = 1,1$$

	Colonne adiabatique					Colonne mal calorifugée					
$\Delta H/Z$	43	28,5	12,6	6,3		46,5	28,9	17,4	10,7	8,15	5
U m/s	0,49	0,36	0,24	0,08		0,51	0,39	0,25	0,15	0,065	0,015
U_c m/s	0,8	0,6	0,4	0,13		0,83	0,64	0,41	0,24	0,1	0,02
N.P.T.	12,1	12,9	15,1	15,9		7,7	8,05	7,8	9,2	13,6	18,8
HEP.T. cm	5,95	5,60	4,75	3,80		9,1	8,7	9	6,85	5,15	3,8

- Colonne à distiller ϕ 25 mm

- $Z = 0,720$ m

- Mélange : Benzène - Trichloréthylène

Influence de l'adiabatisme sur la perte de charge et l'efficacité

Tableau VII - 25

N ^{bre} d'essais	Puissance thermique		ΔH	Q_r	L	$\Delta H/Z$	U	U_c
	Pth		moyen	moyen				
	Kcal/h	cal/s	mmce	dm ³ /h	kg/m ² s	mmce/m	m/s	m/s
3	67.000	18.600	40	260	0,97	15,4	1,01	1,11
3	73.700	20.500	65	295	1,10	25	1,12	1,23
7	79.400	22.000	85,5	325	1,21	32,9	1,2	1,32
3	87.100	23.000	91	345	1,29	35	1,25	1,37
11	93.800	26.000	185	390	1,45	71	1,41	1,55
6	99.500	27.700	620	410	1,53	238	1,5	1,65
4	106.000	29.500	800	420	1,57	308	1,6	1,76

- Colonne à distiller ϕ 275 mm

- $Z_i = 1,30$ m

- Mélange : Méthanol - eau

Principaux résultats obtenus

Tableau VII - 26

6°) Résultats :

Ils sont résumés dans le tableau VII-26 et sur la figure VII-27.

$$Z_t = 2,60 \text{ m} ; \gamma = 1,1$$

7°) Conclusion.

Il y a un bon accord entre l'augmentation brutale de la perte de charge au-dessus de $U_c = 1,50 \text{ m/s}$, et l'inflexion de la courbe du débit de reflux. Cette vitesse correspond au début d'engorgement.

Puissance thermique limite :

$$P_{th} = \frac{1,50}{1,1 \times 0,543 \cdot 10^{-4}} = 25.100 \text{ cal/s.}$$

Puissance limite par unité de section droite :

$$\begin{aligned} & 4\,200 \text{ cal/m}^2 \cdot \text{s} \\ \text{soit} & 15000 \text{ Kcal/h dm}^2 \end{aligned}$$

C - Mesure de l'efficacité.

Les essais correspondent à un débit de reflux $Q_r = 320 \text{ l/h}$; soit une vitesse corrigée $U_c = 1,31 \text{ m/s}$

$$U = 1,19 \text{ m/s}$$

On règle le débit de soutirage Q_s de manière à obtenir divers taux de reflux.

$$R = \frac{Q_r}{Q_s}$$

Pour un taux de reflux donné, on peut calculer la pente de la droite de fonctionnement : $m = \frac{R}{R+1}$. La construction graphique à grande échelle fournit le nombre de plateaux théoriques (41) (44).

Des essais ont été réalisés à divers taux de reflux variant depuis le reflux minimum (R_m) jusqu'à $R = 1$.

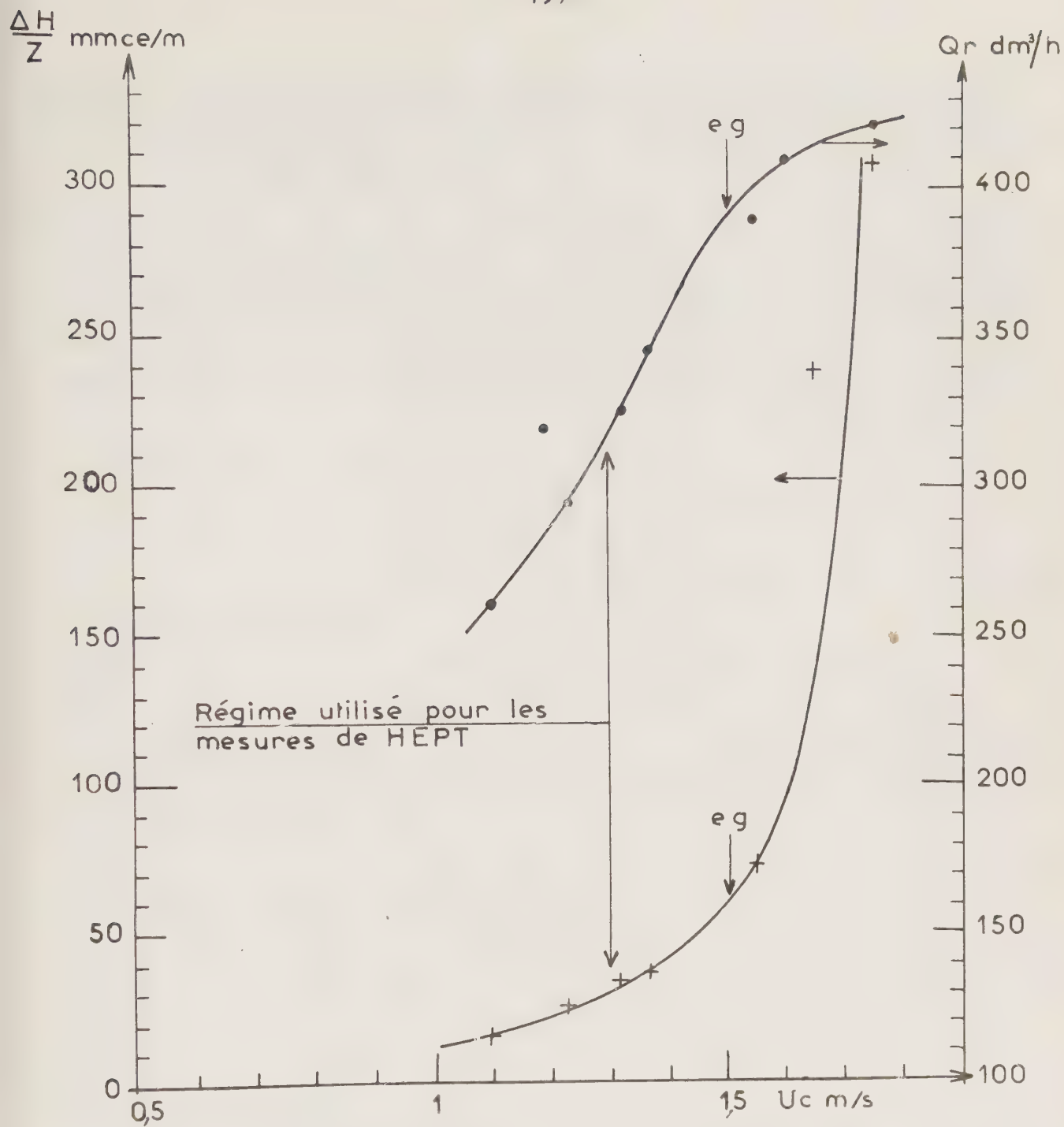
Résultats.

Les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau VII-28 et font l'objet de la figure VII-29.

Ces essais réalisés dans une colonne industrielle ont fourni des résultats plus favorables que ceux que l'on avait escomptés.

C'est ainsi que pour $U_c = 1,19 \text{ m/s}$ à $R = 0,684$, on obtient H.E.P.T. = 11,3 cm. Pour $R = 0,94$, H.E.P.T. = 9,4 cm.

Ces essais nous permettront aussi de discuter l'influence du diamètre sur l'efficacité.



Colonne à distiller ϕ 275 mm. Mélange Méthanol-eau
Reflux total

Perte de charge et débit de reflux en fonction de la vitesse corrigée.

Fig. VII -27-

	Q _r	Q _s	R	R min	ΔH	ΔH/Z	N	HEPT
	dm ³ /h	dm ³ /h			mm ce	mm ce/m	P.T.	m
E 12 E 13	130	190	0,684	0,388	72	27	11,5	0,113
E 14 E 15	145	175	0,828	0,405	79	29	12,5	0,104
E 18 E 19	155	165	0,940	0,710	84	31	13,8	0,094

Q total = 320 dm³/h

Z_i = 1,30 m

U_c = 1,31 m/s

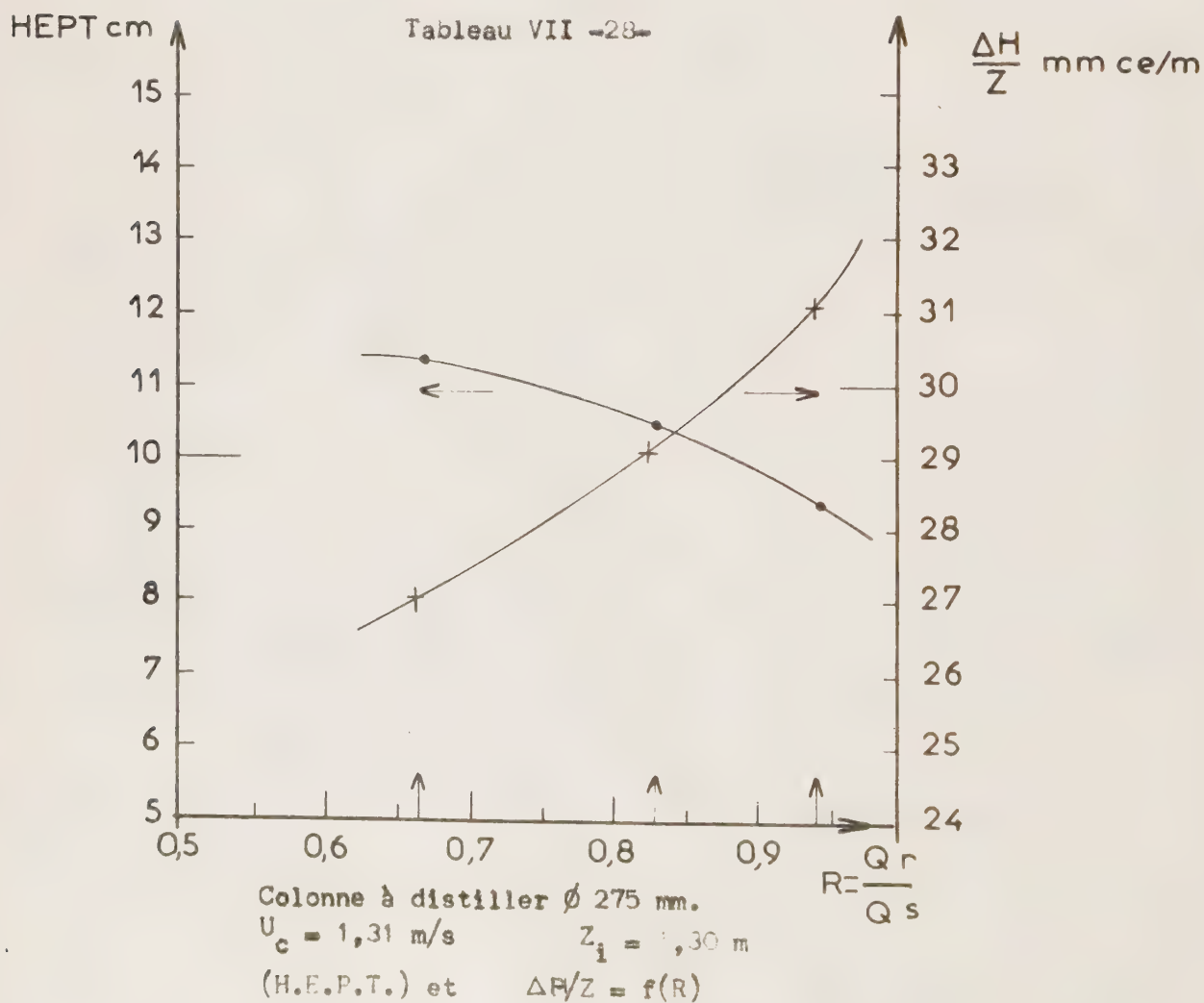


Fig. VII -29-

X - INFLUENCE DE QUELQUES PARAMETRES SUR L'EFFICACITE ET LA PERTE DE CHARGE.

En nous reportant aux résultats obtenus dans ce chapitre, nous nous proposons de discuter l'influence des paramètres suivants :

- Distribution des fluides
- Disposition des garnissages, et hauteur garnie
- Vitesse des vapeurs
- Engorgement préalable
- Diamètre de la colonne
- Taux de reflux et débit d'arrosage
- Structure du garnissage
- Etat de surface du fil
- Tension superficielle du liquide

A - Influence de la distribution des fluides.

L'influence de la distribution des fluides est mise en évidence en comparant les essais A_1 et A_2 relatifs au même garnissage (MULTIKNIT initial). Dans le premier cas on utilise le système distributeur initial, dans le deuxième cas, le plateau distributeur définitif. Se reporter aux figures VII-13.

Avec une distribution uniforme, on obtient une amélioration considérable de l'efficacité, entraînant une augmentation très sensible de la perte de charge, ce qui est logique (34). De plus, le sens de la variation de $H.E.P.T. = f(U_c)$ est inversé. Dans le deuxième cas la $H.E.P.T.$ diminue dans toute la zone des vitesses explorées ; cela prouve que la colonne ne fonctionne pas selon le régime optimum. Celui-ci serait atteint pour une vitesse corrigée supérieure à 1,25 m/s.

On peut mettre en évidence l'influence de la distribution des vapeurs dans l'élément situé au-dessus d'un plateau redistributeur. Les essais E montage I, II, et E montage I' et III, diffèrent seulement par la présence des lamelles d'espacement au-dessus des plateaux des montages I' et III, et leur absence dans les deux autres montages.

Les allures des courbes $\frac{\Delta H}{Z} = f(U_c)$ pour ces deux groupes d'essais, figure VII-18, sont caractéristiques ; elles montrent un début d'engorgement pour les montages I et II au voisinage de $U = 0,63$ m/s, alors que pour les montages I' et III, l'engorgement n'est pas atteint pour

$U = 0,75 \text{ m/s.}$

La figure VII-20 traduisant les pertes de charge par étage théorique en fonction de Z_i conduit aux valeurs minimum de $\frac{\Delta H}{Z}$ pour les 2 montages I' et III.

Ces observations confirment l'intérêt des lamelles d'espacement au-dessus d'un plateau redistributeur.

Il est bon de constater que le montage III fournit la perte de charge minimum, mais la H.E.P.T. étant légèrement plus grande, les valeurs de $\Delta H/N$ restent du même ordre comme le montre le tableau VII-31, page 203.

B - Disposition des garnissages et hauteur garnie.

Nous avons étudié l'influence de la disposition des garnissages et de la hauteur garnie sur l'efficacité et la perte de charge, avec le garnissage MULTIKNIT cloisonné type E, en utilisant les divers montages de la figure VII-4. Reportons nous aux figures VII-17-18-19-20.

Il convient de remarquer que la différence de H.E.P.T. observée entre les montages I et I' n'est pas seulement due à la différence de hauteur Z_i entre ces 2 montages ; dans la disposition I', un espace relativement important est ménagé sous le distributeur, espace qui n'existe pratiquement pas en I. De plus, l'essai I est réalisé sans lamelles d'espacement, au-dessus du plateau ; d'où une augmentation de perte de charge liée à un engorgement anormal du tampon reposant directement sur les chapeaux de cheminée.

La perte de charge très élevée relative au montage I par rapport à celle du montage I' figure VII-18 et 20, confirme cette explication. Les courbes figure VII-19 à vitesse constante montrent que la H.E.P.T. évolue peu avec la hauteur garnie (hauteur garnie entre 2 distributeurs). C'est la preuve que les écoulements ne suivent pas de chemins préférentiels. Nous pensons cependant que par mesure de sécurité, il convient de ne pas dépasser une hauteur $Z_i = 1,44 \text{ m}$, soit 10 tampons superposés sans distributeur intermédiaire, pour une colonne de diamètre de l'ordre de 235 mm.

Une confirmation de l'intérêt de cette disposition est fournie par les essais industriels en colonne de diamètre 275 mm. L'efficacité et la perte de charge sont excellentes.

Il convient aussi de souligner la nécessité d'assurer au garnissage d'un élément de colonne une bonne continuité axiale. Il suffit, pour cela, d'exercer sur la face supérieure de chaque tampon, lors de la mise en place des garnissages, une pression suffisante pour éviter toute

solution de continuité entre deux tampons successifs. La réduction d'efficacité qui résulte d'une discontinuité axiale a été observée aussi bien en colonne de diamètre 235 que de diamètre 275 mm,

C - Influence de la vitesse des vapeurs.

L'efficacité et la perte de charge des garnissages A_1 - A_2 et E sont reportées respectivement sur les figures VII-13 et VII-17 en fonction de la vitesse corrigée des vapeurs. Sur la figure VII-13 on observe que la qualité de la distribution tend à modifier l'allure de la courbe $H.E.P.T. = f(U_c)$. Avec une distribution uniforme du liquide, la $H.E.P.T.$ varie peu si U_c augmente dans toute la gamme des vitesses explorées. Si la distribution est médiocre au contraire, la $H.E.P.T.$ augmente rapidement avec U . Il convient aussi de remarquer que pour $Q_r \ll 83 \text{ dm}^3/\text{h}$, ce qui correspond à $U_c \ll 0,4 \text{ m/s}$, le plateau distributeur n°3 ne fournit plus une distribution satisfaisante du liquide et empêche d'explorer valablement la zone des vitesses inférieures à $0,4 \text{ m/s}$.

Limités par la puissance de chauffage de notre installation, nous n'avons pas pu atteindre l'engorgement complet de la colonne. (Lors du calcul de la colonne, nous ne pensions pas que le garnissage accepte des vitesses d'engorgement aussi élevées.)

On peut même affirmer que la vitesse maximum $U_c = 1,37 \text{ m/s}$, est inférieure à la vitesse optimum de fonctionnement. L'allure des courbes de perte de charge montre bien que le régime d'engorgement, caractérisé par un brusque changement de pente, n'est pas atteint pour le régime maximum praticable.

Les courbes $H.E.P.T. = f(U_c)$ pour diverses valeurs de Z_i , figure VII-17, sont intéressantes à analyser, en rapport avec les courbes $\frac{\Delta H}{Z} = f(U_c)$ figure VII-18.

On remarque sur les courbes (a) et (b) figure 17, les mêmes anomalies que celles observées sur la figure VII-13.

Les courbes (a) (b) (c), correspondant à $Z_i \ll 1,44 \text{ m}$ présentent la même allure : diminution de $H.E.P.T.$ si U_c augmente. La courbe (d) par contre, accuse un sens de variation inverse caractéristique d'une mauvaise distribution. (figure VII-13 - essai A_1)

Les deux seuls essais réellement comparables sont relatifs à $Z_i = 0,575 \text{ m}$ et $Z_i = 2,16 \text{ m}$ pour lesquels nous obtenons les valeurs de $H.E.P.T.$ reportées sur la figure VII-30. On constate que la $H.E.P.T.$ varie d'autant plus avec Z_i que la vitesse est élevée. Cela s'explique par la tendance irréversible du liquide à s'écouler vers le centre de la colonne à vitesse d'air voisine de l'engorgement. Cette

tendance sera d'autant plus marquée que Z sera grand, c'est-à-dire que le déséquilibre des écoulements a la possibilité de mieux se manifester entre deux distributeurs.

On peut donc penser que pour $Z_1 = 2,16$ m la distribution du liquide commence à se détériorer. En conseillant de prendre comme valeur maximum de Z_1 : 1,44 m, on respecte donc une bonne marge de sécurité.

D - Influence de l'engorgement préalable

L'engorgement préalable d'une colonne garnie est réalisé pratiquement en augmentant la puissance de chauffage jusqu'à l'engorgement complet, et en la réduisant ensuite progressivement à sa valeur de régime. Cette opération est délicate car elle impose une surpression du bouilleur. De plus, elle est incompatible avec le traitement de certains produits instables.

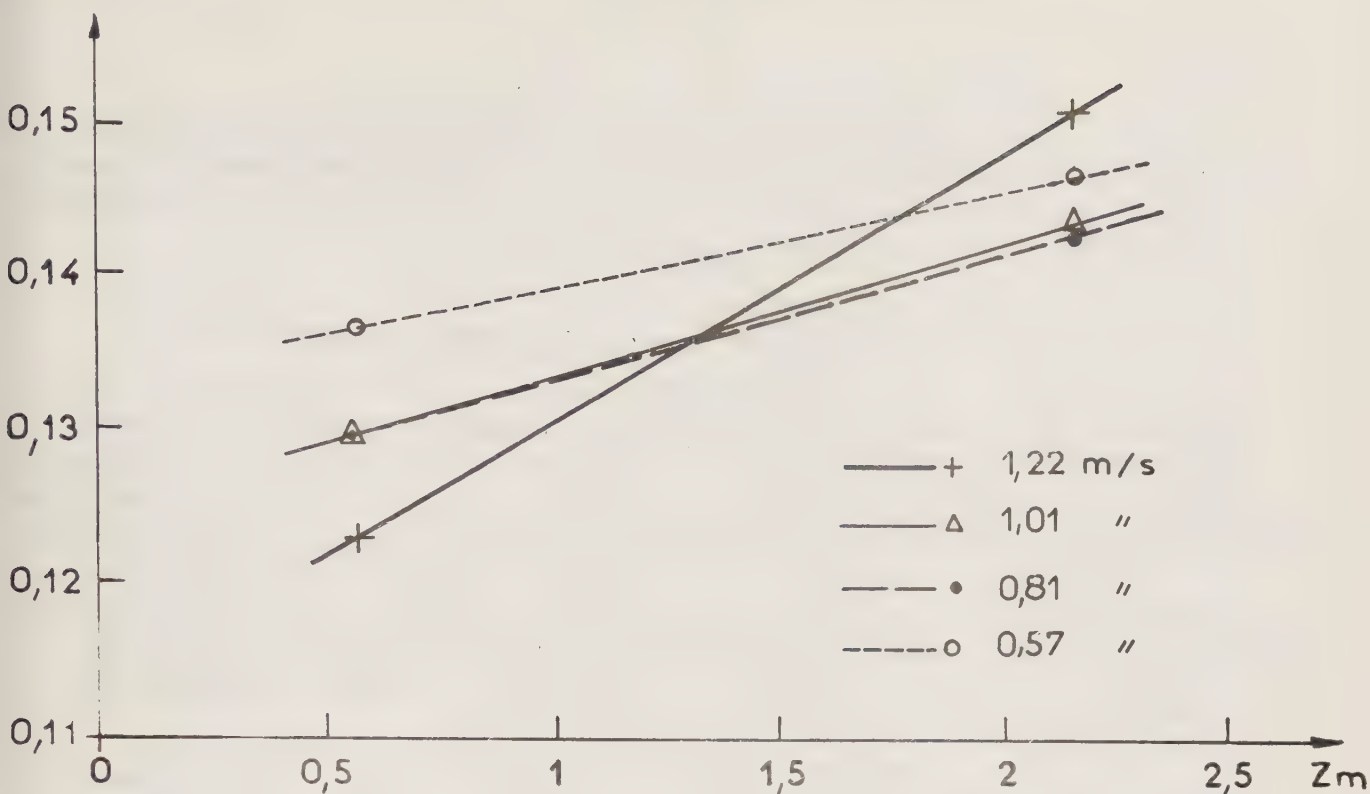
Plusieurs auteurs anglo-saxons ont étudié ce phénomène avec divers garnissages. Une étude a été réalisée par PORTER et VARJAVANDI (8) sur des anneaux Raschig céramiques de 6,4 mm et sur du Multifil ; aucune influence de l'engorgement préalable n'est observée sur les caractéristiques du Multifil.

Par contre, pour les anneaux Raschig, la perte de charge, la rétention et l'efficacité sont augmentées.

Pour les garnissages métalliques à structure capillaire : BORAD (35), DIXON (36), l'engorgement préalable favorise l'efficacité tout en augmentant la rétention et la perte de charge (voir figure VIII-3 et 4, CANNON (62) n'observe aucune influence sur les caractéristiques des garnissages du même nom.

L'engorgement préalable a une influence particulièrement marquée sur un garnissage dont la structure ne favorise pas un mouillage complet. Nous avons réalisé quelques essais après un engorgement préalable sur les garnissages type E. Ne pouvant obtenir le régime d'engorgement par augmentation de la vitesse, nous l'avons réalisé par augmentation du débit de reflux, à puissance de chauffage maximum.

Le réservoir R_5 figure VII-2 ayant été préalablement rempli de liquide, on augmente le débit de reflux jusqu'à la valeur max. possible ; l'augmentation brutale de la pression montre que le régime d'engorgement est atteint ; on maintient ce régime pendant quelques minutes puis on ramène Q_r à la valeur de régime.



H.E.P.T. en fonction de la vitesse et de la hauteur garnie.

Fig. VII -30-

montage	U_c m/s	0,57	0,81	1,01	1,22
I'	$\Delta H/N$	1,65	2,2	3,6	5,1
III	mmce/m	1,32	2	3,7	5,65

Tableau VII -31-

		Sans engorgement préalable			Avec engorgement préalable		
N° essai		25.056	27.056	moyenne	21.056	26.056	moyenne
U	m/s	0,754	0,754	0,754	0,745	0,745	0,745
U_c	m/s			1,25			1,21
N_2	P.T.	4,9	5,1	5	4,8	4,1	4,45
N_1	P.T.	4,9	4,6	4,75	5,2	4,6	4,9

Tableau VII -32-

Les résultats du tableau VII-32 relatifs au garnissage type E ne permettent pas de conclure à une influence sensible de l'engorgement préalable, mais on peut noter cependant la reproductibilité satisfaisante de ces 8 mesures.

E - Influence du diamètre de la colonne.

Nous avons déjà signalé le peu de renseignements existant sur l'emploi des garnissages dans des colonnes de grand diamètre, et la diminution généralement observée de l'efficacité avec l'augmentation du diamètre (29). Les H.E.P.T. obtenues en colonne de "demi-grand" doivent être majorées pour être appliquées aux colonnes de production. Cela est réalisé le plus souvent à grand renfort de coefficients de sécurité, ou empiriquement. Il est fréquent, de ce fait, qu'une colonne à distiller commandée à une société d'engineering puisse fournir un débit double de celui demandé. Cet état de chose ne facilite pas l'introduction de nouveaux garnissages dans les applications industrielles....

Nous avons montré que le garnissage cloisonné pouvait à la limite être considéré comme la juxtaposition d'un grand nombre de colonnes fictives de petit diamètre, et que, par conséquent, l'efficacité d'un tel garnissage devrait être indépendante du diamètre.

Les essais que nous avons pratiqués sur des colonnes de 25, 235 et 275 mm de diamètre ne permettent pas de vérifier de façon absolue cette propriété. Cependant les écarts peu importants de H.E.P.T. obtenus avec le même mélange en colonne de diamètre 25 mm et de diamètre 235 mm (9 et 12,5 cm), calorifugées de façon comparable, permettent de penser que la H.E.P.T. sera peu liée au diamètre. Dans la mesure où les conditions de distribution, d'adhérence de paroi, de continuité axiale, de hauteur garnie entre deux distributeurs, sont conformes à celles que nous avons définies pour nos essais, les résultats obtenus en colonne de diamètre 235 mm ou 275 mm seront applicables à des colonnes atteignant 400 mm.

F - Influence du taux de reflux et du débit de rétrogradation.

Les essais en colonne de diamètre 275 mm avec le mélange Méthanol-Eau, ont été conduits à divers taux de reflux. La figure VII-29 montre une diminution de la H.E.P.T. si R augmente. Ce phénomène est lié au mouillage de la structure qui s'établit mieux lorsque le débit de reflux est grand. Pour que le mécanisme d'autodistribution fonctionne bien on constate que le débit d'arrosage doit être supérieur à 0,3 à 0,4 kg/m².s. Cette

condition impose pratiquement un débit de reflux supérieur à une valeur minimum.

G - Structure du garnissage

Les essais A₂ et E montage I, ne diffèrent que par le matériau de garnissage.

Essai A₂ : MULTIKNIT simple, ancien gaufrage

Essai E : MULTIKNIT cloisonné, nouveau gaufrage.

Les courbes des figures VII-13 et VII-17 permettent la comparaison des efficacités.

A vitesse constante, la H.E.P.T. est plus faible pour le MULTIKNIT cloisonné, mais en contre-partie, la perte de charge est légèrement plus forte à vitesse élevée.

H - Influence de l'état de surface

A la suite du traitement à l'acide sulfurique de certains tampons, nous avons déjà signalé l'attaque de la surface métallique et le déplacement des caractéristiques dynamiques qui en ont résulté. Cinq tampons ainsi traités se trouvent disposés dans l'élément n° 1 de la colonne à distiller. Examinons l'influence de la modification de l'état de surface sur la H.E.P.T.

Les essais E (montage I et I') permettent de comparer dans des conditions analogues l'efficacité des divers tronçons de la colonne (Tableau VII-15).

Nous résumons dans le tableau VII-33 les nombres d'étages théoriques mesurés pour un garnissage attaqué et un garnissage normal.

Référence	Montage I						Montage I'			Moy- enne
Garnissage attaqué	5,8	4,3	4,6	6,3	5	3,7	4,8	4,5	3,8	4,75
Garnissage normal	4,9	4,3	4,2	4,8	4,8	5	4,6	4,7	5,2	4,72

Nombres d'étages théoriques suivant l'état de surface du fil.

Tableau VII-33

La moyenne de ces 9 essais ne permet pas de conclure à une influence sensible de l'état de surface sur l'efficacité. Il est pourtant probable que l'efficacité est améliorée par une légère attaque superficielle de la surface.

I - Influence de la tension superficielle.

Les actions de surface liquide-paroi dépendent à la fois de l'état de surface du fil et de la tension superficielle du liquide. Nous avons reporté des essais réalisés avec un mélange de solvants organiques (benzène-trichloréthylène) à faible tension superficielle : $\sigma = 20$ dyne/cm, et avec un mélange aqueux (méthanol-eau) à tension superficielle élevée : $\sigma = 40$ à 50 dyne/cm. L'efficacité obtenue est plus grande avec le mélange aqueux. La grande tension superficielle du liquide augmente la résistance mécanique du film tendu dans les vides de mailles de la macro-structure. Le champ des contraintes centrifuges dû au mouvement de la vapeur dans les canaux, provoquera la rupture du film pour des vitesses d'autant plus grandes que la tension superficielle sera plus élevée, et que la micro-structure sera plus facilement mouillable. Il est donc logique d'obtenir une efficacité supérieure avec le mélange aqueux, pour une même structure.

CONCLUSION

Afin d'éprouver à la fois les méthodes mises en oeuvre et le comportement de nos garnissages, il eut été intéressant d'étendre à d'autres matériaux d'usage industriel, les mesures que nous avons réalisées sur les MULTIKNIT. Une telle entreprise était irréalisable dans le temps imparti ; nous avons dû nous limiter à quelques mesures hydrodynamiques sur des garnissages d'anneaux RASCHIG céramique. Aussi, pour conclure, nous contenterons nous d'ébaucher une comparaison du MULTIKNIT avec les garnissages rivaux, en utilisant les résultats publiés par d'autres expérimentateurs.

Cet examen bibliographique montre que bien peu de données sont exploitables en pratique. Le manque total de normalisation concernant les conditions d'essai, et la façon de rendre compte des résultats, complique et dévalorise ce travail pourtant nécessaire.

Nous n'avons considéré que les résultats relatifs à des colonnes dont les diamètres dépassent 150 mm ; rares sont les essais pratiqués avec des diamètres supérieurs. La discussion portera exclusivement sur la perte de charge et l'efficacité en fonction de la vitesse des vapeurs ou du débit de gaz.

Les figures VIII-1 et VIII-2 sont relatives à des garnissages très différents : Multiknit, Stedman, Spraypack, anneaux Raschig, plateaux Kittel. Par contre les figures VIII-3 et VIII-4 rassemblent les résultats obtenus avec des garnissages réputés pour leur haute efficacité. Ils sont malheureusement tous relatifs à des colonnes de diamètre 152 mm, excepté le Multiknit (diamètre 235 mm). Les conditions de mesure sont consignées dans le tableau VIII-5. Nous pouvons ainsi situer le MULTIKNIT par rapport aux "BORAD", aux "DIXON", aux "PARALLEL - MESH", aux "STEDMAN", mais aucune publication, à notre connaissance, ne permet d'étendre cette comparaison aux "GOOD-LOE PACKING".

DISCUSSION

1°) Perte de charge ramenée à la hauteur unitaire de garnissage.

Les courbes de la figure VIII-1 permettent de situer clairement les MULTIKNIT. Toutes ces courbes, ont été obtenues avec un système air-eau dans des colonnes de diamètres comparables et pour des débits de reflux de l'ordre de $1,5 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$. La perte de charge des MULTIKNIT type E et F (courbes 1 et 2) sont très voisines, mais le garnissage cloisonné (E) permet une capacité supérieure. La courbe n° 3, relative à un garnissage d'anneaux Raschig céramique de 25 mm que nous avons étudié dans des conditions identiques aux essais du MULTIKNIT, montre des pertes de charge nettement plus élevées. La différence est de plus en plus grande à mesure que L augmente (voir les courbes de la figure VI-16) et que la dimension des anneaux diminue (courbe n°4, diamètre 10 mm. Pyrex).

Les Spraypack (courbe n°5) permettent les plus grandes vitesses, mais leur efficacité très faible et leur structure limitent l'emploi aux colonnes de grand diamètre.

Exemple : Pour $L=2,6 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$. $U = 1,65 \text{ m/s}$, H.U.T. = 0,80 m.

Les garnissages Stedman (courbe 7) créent des pertes de charge très élevées, et ont une faible capacité, mais il convient de remarquer que cet essai a été réalisé en colonne de plus petit diamètre.

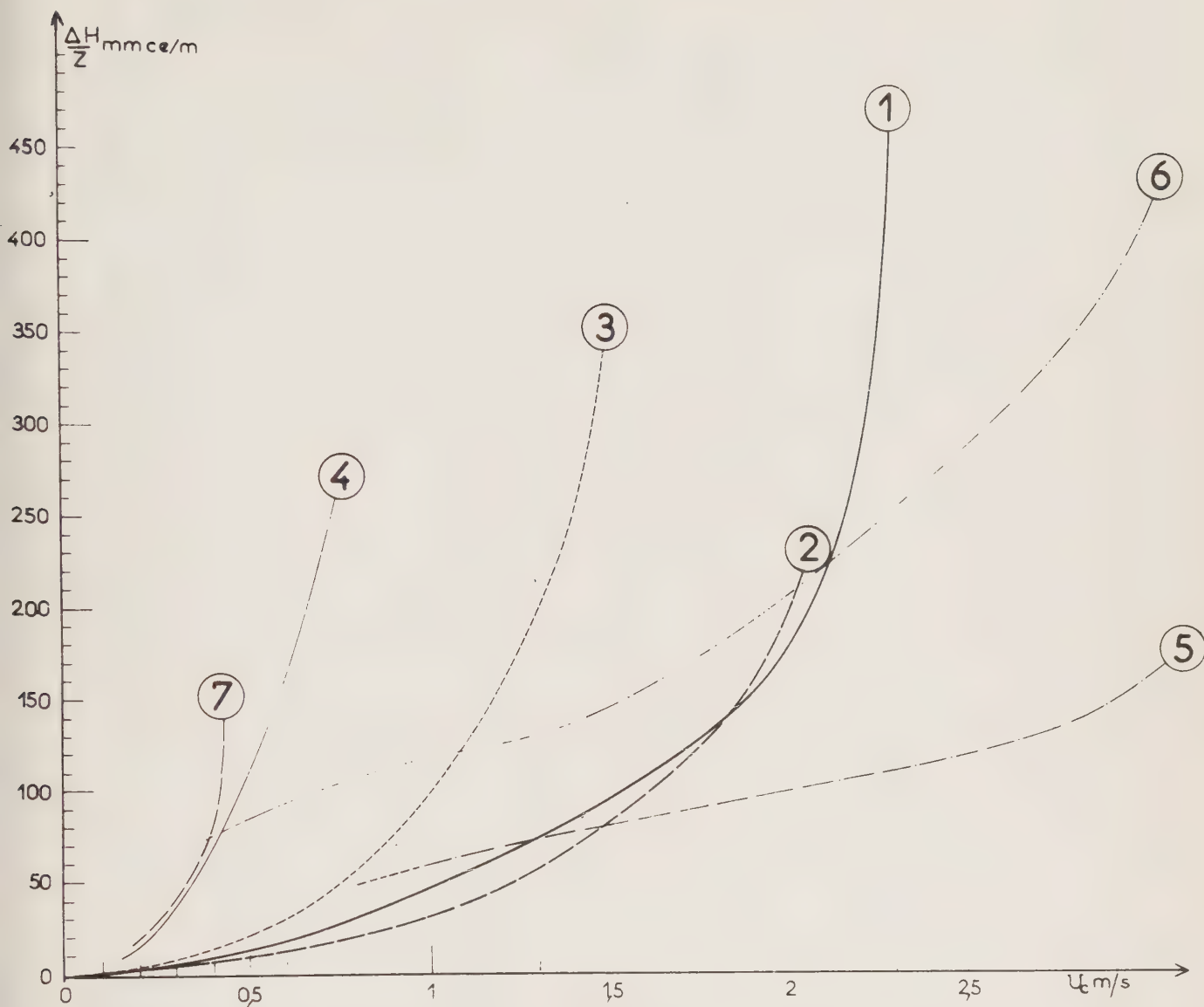
Les Kittel s'apparentent beaucoup plus à des plateaux qu'à des garnissages, ils sont réputés pour avoir des caractéristiques comparables à celles des plateaux à cloche (46 p. 56). La courbe n°6 ne prétend donner qu'un ordre de grandeur car elle a été tracée en estimant que 6 ensembles Kittel (73) occupent environ 1 m de hauteur de colonne.

Les garnissages MULTIKNIT apparaissent comme un moyen terme entre les Spraypack et les Stedman. Ils tendent à réaliser un compromis entre capacité de débit et perte de charge.

Notons que la perte de charge ne prend réellement un sens que ramenée à une unité d'efficacité.

2°) Perte de charge par étage théorique.

Les courbes 1 et 2 figure VIII 2 et VIII 4 montrent que pour les régimes moyens et élevés, les garnissages MULTIKNIT fournissent la plus faible perte de charge par étage théorique.



N° de la courbe	GARNISSAGE	Ø colonne mm	Z m	L kg/m ³	Référence	Présente étude
1	MULTIKNIT type E	235	0,72	1,5	Fig VI 12	
2	MULTIKNIT type F	235	0,72	1,5	Fig VI 14	
3	ANNEAUX RASCHIG céramique ø 25	235	0,80	1,5	Fig VI 16	
4	ANNEAUX RASCHIG pyrex ø 10	200x200	~1	2,03	Lespinasse (2)	
5	SPRAYPAK n° 37-24-0	>300		1,44	CECA (7)	
6	KITTEL	>500	environ 1	1,50	Notice technique (73)	
7	STEDMAN	152	1,14	1,81	White Othner (67)	

Figure VIII 1

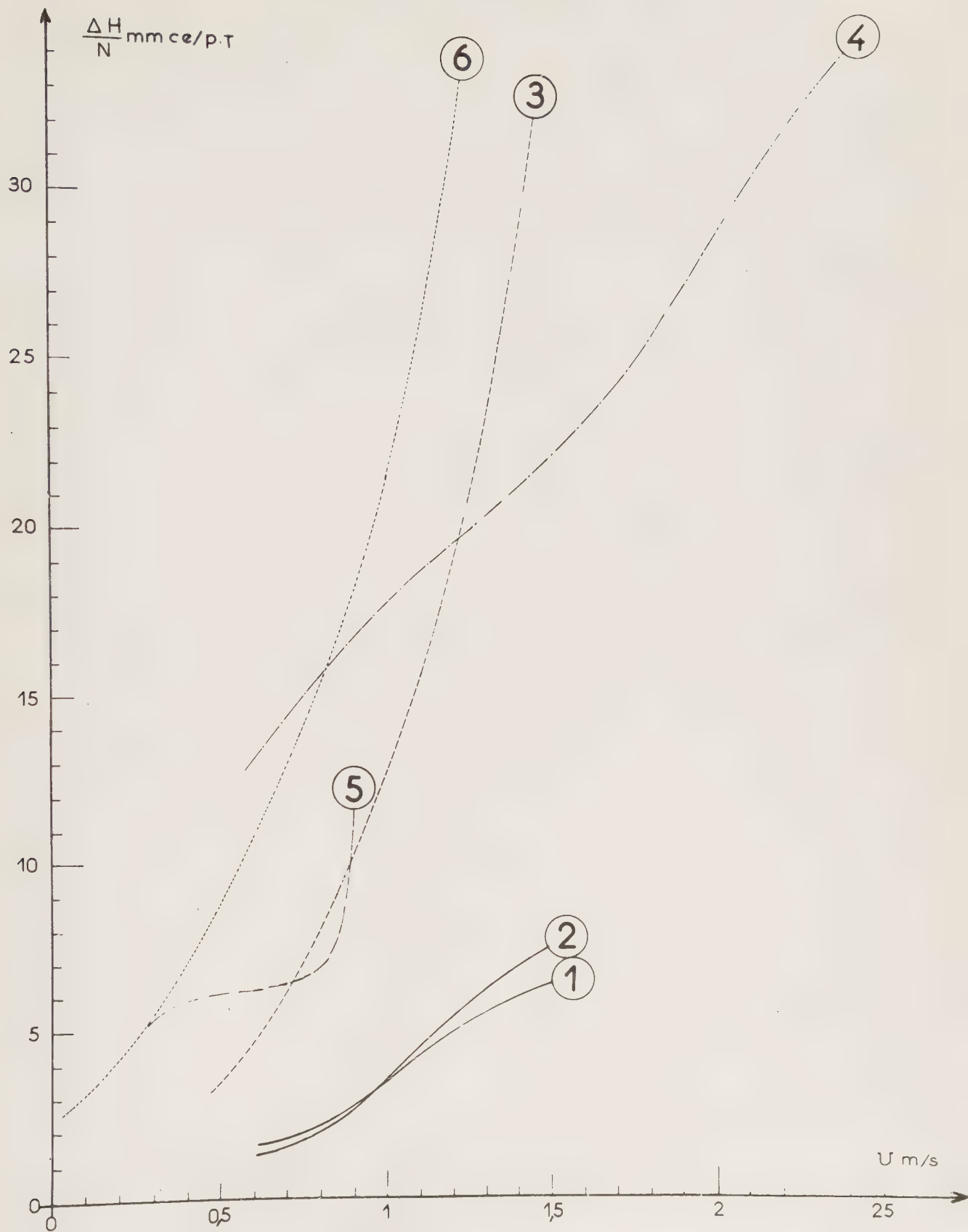


Figure VIII 2

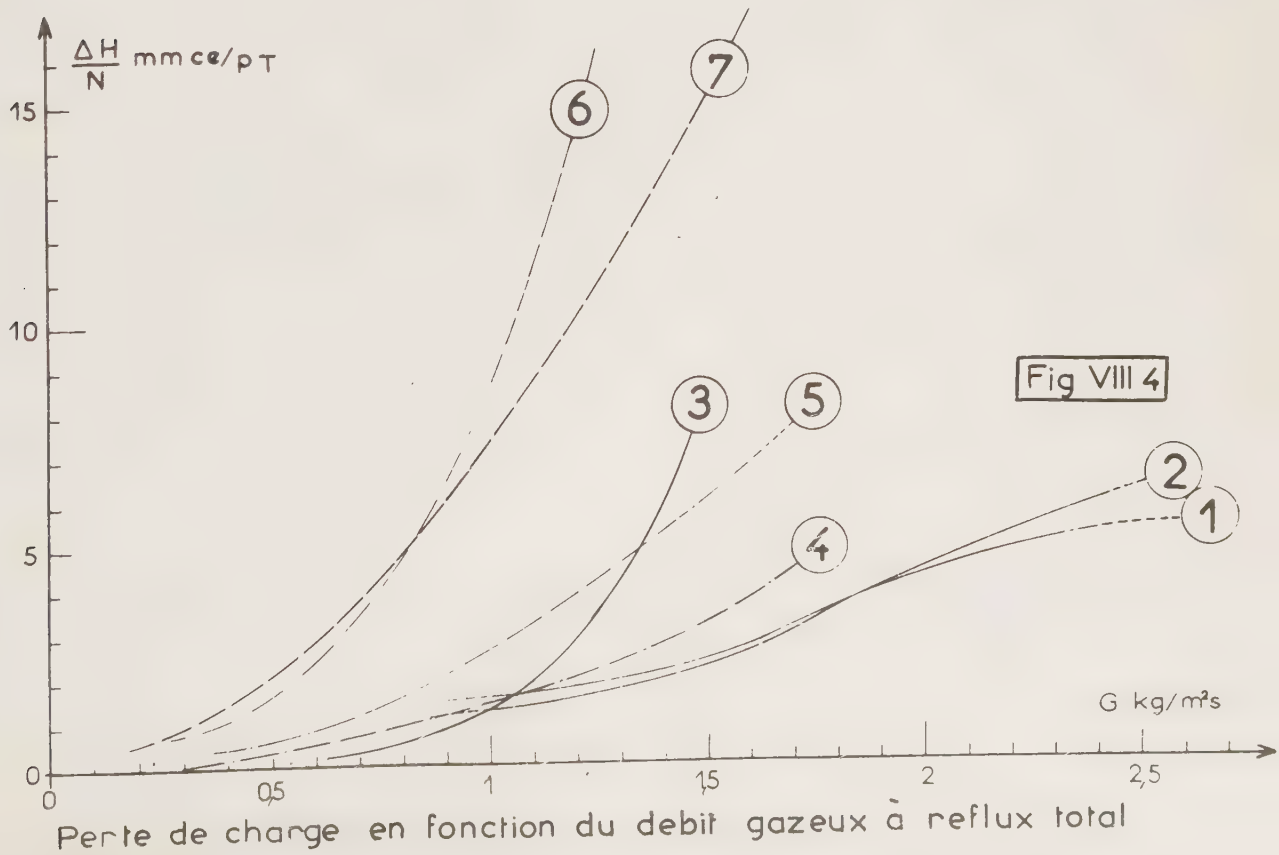
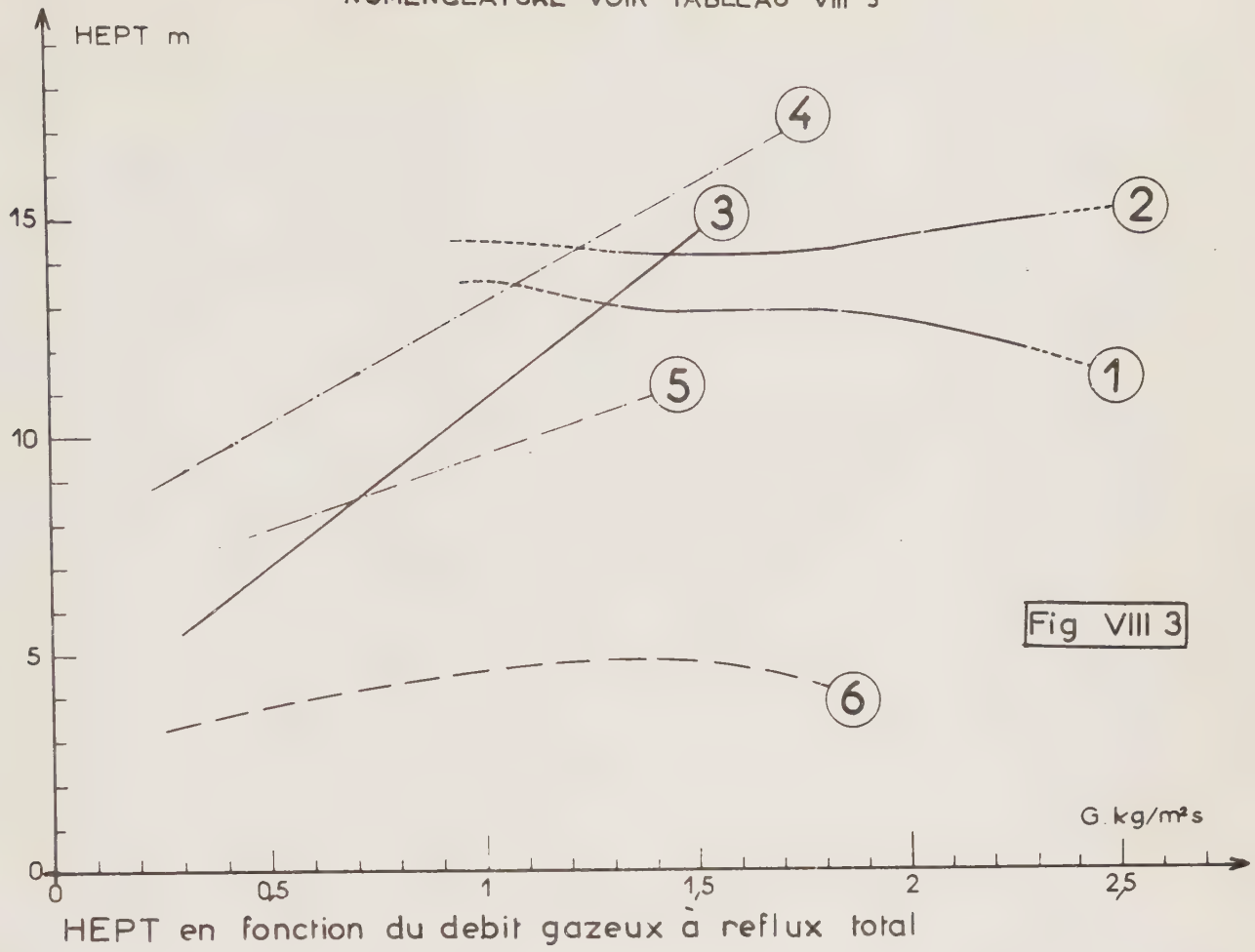


Figure	N° courbe	GARNISSAGE	Ø mm	Z m	P mm Hg	SYSTÈME	RÉFÉRENCE
VIII 2	1	Multiknit E	235	0,57	760	benzène	présente
	2	Multiknit E	235	2,16		trichloréthylène	étude
	3	Anneaux toile métallique Ø 25	220	1	300	chlorobenzène éthylbenzène	Sulzer (33)
	4	Spraypak	300		760	tétrachlorure de carbone. benzène	Sulzer (33)
	5	Stedman	200	2	100	éthylbenzène	Delzenne (34)
	6	Anneaux Raschig Ø 15 mm	200	2	100	chlorobenzène	Delzenne (34)
VIII 4 VIII 3	1	Multiknit cloisonné	235	0,57	760	benzène	présente
	2	type E	235	2,16		trichloréthylène	étude
	3	Parallel Mesh	152	1,37	760	methyl -	Ellis, Porter, Jones (57)
	4	Borad Ø 12,7 sans préengorgement	152	1,22	760	cyclohexane	Ellis et
	5	Borad Ø 12,7 avec préengorgement	152	1,22	760	toluene	Goodwin (35)
	6	Stedman	152		760		Ellis, Porter, Jones (57)
	7	Stedman	305		760		Ellis Varjavandi (37)

Nomenclature des courbes correspondant aux figures VIII -2-
VIII -3-
VIII -4-

3°) Efficacité.

La H.E.P.T. et la perte de charge par plateau théorique suffisent à caractériser un garnissage. Les figures VIII-3 et VIII-4 ont été tracées en fonction du débit de vapeur exprimé en $\text{kg/m}^2\text{s}$ pour simplifier la comparaison avec les résultats des auteurs anglo-saxons. Ces courbes relatives à des essais sous pression atmosphérique autorisent une comparaison valable.

Les MULTIKNIT permettent la plus grande capacité de débit et la meilleure efficacité à régime élevé.

A régime réduit les Stedman offrent la plus faible H.E.P.T. mais leurs pertes de charge par plateau est trop élevée pour qu'ils soient utilisables sous vide.

Les hyperfils présentent aussi un comportement satisfaisant à faible régime, dans un domaine où nous ne disposons pas de résultats significatifs pour le MULTIKNIT.

Les courbes 4 et 5 montrent la sensibilité des Borad à l'engorgement préalable qui augmente leur efficacité et leur perte de charge.

De l'ensemble de ces observations découlent les conclusions suivantes :

- Le MULTIKNIT offre de faibles pertes de charge par plateau théorique, et ne souffre aucune comparaison à régime élevé. Cette propriété lui ouvre le domaine de plus en plus vaste des opérations sous pression réduite.
- Son efficacité à régime élevé est comparable à celle des meilleurs garnissages dont l'emploi est encore réservé aux petites colonnes (leur efficacité diminue rapidement lorsque ce diamètre augmente et leur prix les rend inutilisables industriellement).
- Il apparaît comme le garnissage permettant une des plus grandes capacités de débit.
- Son efficacité tend à rester stationnaire, voire à augmenter avec la vitesse, du moins jusqu'au voisinage de l'engorgement.
- L'efficacité du MULTIKNIT est théoriquement peu liée au diamètre de la colonne, à l'inverse de la plupart des autres garnissages.

- Alors que l'efficacité des garnissages diminue généralement sous pressions réduites, il semble qu'il n'en soit pas de même pour le MULTIKNIT. C'est du moins ce qui ressort d'essais en colonnes de diamètre 25 mm, conduits sous diverses pressions.
- Signalons, à titre documentaire, que le prix du m³ garni de MULTIKNIT est du même ordre que celui du m³ garni d'anneaux Raschig métalliques, de dimensions moyennes, par exemple, alors que pertes de charge par étage théorique, H.E.P.T. et débits admissibles militent en faveur de notre garnissage.

Nous n'avons jamais perdu de vue le caractère essentiellement pratique de nos travaux ; les solutions adoptées sont toujours applicables industriellement et certaines ont déjà fait leurs preuves. Les réseaux de courbes établis contribueront au calcul d'installations utilisant nos garnissages. En outre, l'ensemble expérimental que nous avons construit, offre de multiples possibilités.

L'influence de certains paramètres tels que la tension superficielle et la viscosité gagneraient à être étudiés du point de vue hydrodynamique ; il serait intéressant de pouvoir appliquer une méthode statistique aux mesures de répartition des écoulements afin d'analyser le fonctionnement de la zone centrale du tampon. Nous pensons aussi que l'influence de l'état de surface du fil mériterait une étude systématique en distillation.

Il est bien évident que nous n'avons pas exploré toutes les possibilités qu'offre le fil métallique tissé ou tricoté, et qu'une étude plus poussée conduirait peut être à l'édification de structures encore mieux adaptées à certains problèmes particuliers ; la solution retenue, par son caractère général, est immédiatement exploitable dans de nombreux cas.

Au cours de ce travail, nous nous sommes attaché à décrire et à appliquer une méthode générale d'étude des garnissages pour colonnes d'échange. Cette méthode tient compte des divers aspects complémentaires du problème : d'abord l'aspect purement mécanique dont dé-

coulent, en partie, les comportements aérodynamique et hydrodynamique, enfin l'efficacité, eu égard au transfert de matière. Chacun de ces points particuliers a été étudié séparément, puis simultanément, en utilisant des dispositifs expérimentaux appropriés.

Cette méthode analytique nous a permis de déceler les causes intrinsèques des défauts des produits initiaux ; nous nous sommes alors ingénié à y remédier et avons abouti à une structure fonctionnelle qui assure au MULTIKNIT des caractéristiques très intéressantes : elle permettent d'envisager son emploi dans toutes les opérations du Génie Chimique réclamant un garnissage pour favoriser le contact intime de phases mobiles à contre - courant.

BIBLIOGRAPHIE

Publications

- (1) BUGAREL - Thèse 1960 Toulouse
- (2) LESPINASSE - Thèse 1962 Nancy
- (3) BACHMANN - Manuf. chemis. 1964 - 34 - 2 p. 60
- (4₁) MICHAEL - ROYSTON - Chem. Products 1962 - 25 - 9 - p. 39
- (4₂) MICHAEL - ROYSTON - Chem. Products 1963 - 26 - 1 - p. 17
- (5) BARKER - Brit. Chem. Engng. 1963 - 8 - 5 - p. 306
- (6) KUHN - Bull. Ass. Fr. Tech. Pétrole 1962 - 154 - p. 559
- (7) C.E.C.A. - Note Technique = Procédé SPRAYPAK
- (8) PORTER - VARJAVANDI - J. Inst. Petroleum GB 1961 - 47 - 454 - p. 336
- (9) KAFAROV - INKIANOV - MURAV - Izv. vynyh. ucheb. Zaved Khimi
Teckhnal 1961 - 4 - 5 p. 854
- (10) SHERWOOD - SHIPLEY - HOLLOWAY - Ind. Eng. Chem. 1938 - 30 - p. 765
- (11) BASHFORTH et Collab. Chem. Engng. Sci. 1963 - 18 - 1 p. 41
- (12) KAI SER - Inst. Fr. Combustibles - Journée de la transmission de la
chaleur (1961) p. 221
- (13) LE GOFF - Ind. Chim. Belge - 1962 - 27 - 9 - p. 1009
- (14) LAPIN - Chem. Engng. Progr. 1962 - 58 - 7 - p. 47
- (15) WENTZ - THODOS - A.I. Ch. E.J. New-York 1963 - 9 - 1 - p. 81
- (16) KIRSCHBAUM - Chem. ingr. Technik 1956 - 28 - 639 p. 639
- (17) CONN - WOLF - Ind. Eng. Chem. 1958 - 50 - 9 - p. 1231
- (18) BEATTIE - OTHMER - Ind. Eng. Chem. 1961 - 53 - 10 - p. 786
- (19) LOBO - Trans. Am. Inst. Chem. Eng. 1945 - 41 - p. 693
- (20) POLLARD - Chem. Proc. Eng. 1954 - 11 - p. 339
- (21) HAWKINS et BRENT - Ind. Eng. Chem. 1951 - 43 - p. 2611
- (22) BEATTY et CALINGAERT - Ind. Eng. Chem. 1934 - 26 - p. 504
- (23) BRAGG et RICHARDS - Ind. Eng. Chem. 1942 - 34 p. 1088
- (24) LIOUBETSKI - Prikl-Khim 1962 - 35 - 1 - p. 141
- (25) FENSKE et MYERS - Ind. Eng. Chem. 1952 - 42 - p. 649
- (26) ROSANOFF et BACON - SCHULZE - J. em. chem. Soci. 1914 - 36 - p. 1993
- (27) ROMANI - Génie Chimique 1963 - 90 n°2 p. 29-37
- (28) NUEZ et BONNIERE - Génie Chimique 1963 - 90 n°6 p. 166
- (29) FENSKE et TONGBERG - QUIGGLE - Ind. Eng. Chem. 1934 - 26 - p. 1169
- (30) VALLAUD et RAYMOND - SALMON - Les solvants chlorés et l'hygiène
industrielle - Inst. Natio. Sécurité n°106
- (31) BERG et POPOVAC - Chem. Ing. Proc. 1950 - 45 p. 683
- (32) BRAGG - Ind. Eng. Chem. 1957 - 49 - 7 - p. 1062
- (33) SPERANDIO - Sulzer Tech. Review 1962 - 4 - p. 1
- (34) DELZENNE - Génie Chimique 1962 - 88 - 2 - p. 33

Publications - Articles

- (55) BUGAREL - Bulletin Soci. Franc. Céramiques 1963 n° 58 p. 35
- (56) DAUMARD - SICARD - 1963 Brevet Multiknit cloisonné n° 948715
- (57) ELLIS - PORTER - JONES - Trans. Inst. Chem. Engrs. 1963 - 41 - p. 212-216
- (58) BARKER - SELF - Chem. Eng. Sci. 1962 - 17 - juillet p. 541 -554
- (59) PROST - LE-GOFF - Génie Chimique 1964 - 1 - 91 - p. 6
- (60) FIELD - J.A. Chem. and Proc. Engr. 1959 - sept. p. 310
- (61) STRUCKP and KINNEY - QR - Ind. Eng. Chem. 1950 - 42 - p. 77
- (62) CANNON M.R. - Ind. Eng. Chem. 1949 - 41 - p. 1953
- (63) STAGE - SCHMIDDING - HECKMANN - Revue A.C.V. Kolonnen - fürjeden - zweck
- (64) Société PROLABO - Communication privée
- (65) SUROWIEG - Chem. Engng. 1961 - 68 - 14 - p. 139
- (66) RUCKENSTEIN - Bulet. Inst. politech. Bucuresti 1962 - 24 - 1 - p. 65
- (67) WHITE and OTHMER - Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 1942 - 38 - p. 1067
- (68) JAYMOND - Génie Chimique 1961 - 86 - 5 - p. 123
- (69) DRICKAMER - BRADFORD - Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 1943 - 39 p. 319
- (70) FURNAS and BELLINGER - Am. Inst. Chem. Engrs. 1938 - p. 251
- (71) THIJSEN - Chem. Eng. Science 1955 - 4 - p. 81 p. 286
- (72) BROCK - J. Chim. Physique 1962 - 59 - 78 - p. 703
- (73) Notice Technique C. Der Kittel - Ablaufboden STAHL
- (74) BRETSZNAJDER et MOSCICKA - Bull. Acad. pol. Sci. 1962 - 10 - 8 - p. 451
- (75) THIJSEN - Thèse 1955 - Pays Bas
- (76) JESSER et ELGIN - Trans. Am. Inst. Engrs. 1943 - 39 - p. 277
- (77) SHULMAN - ULLRICH - WELLS - A.I. Ch. E 1955 - 1 - 3 - p. 247

- (35) ELLIS et GOODWIN - Ind. Chem. G.B. 1961 - 37 - 439 - p. 436
- (36) DIXON - J. Soc. Chem. Ind. 1949 - 68 - 3 - p. 88
- (37) ELLIS et VARJAVANDI - Chem. Proc. Eng. 1958 - 39 - 7 - p. 239
- (38) RANDALL - Chem. Proc. 1959 - 4 - p. 306
- (39) FISHER et BOWEN - Chem. Eng. Prog. 1949 - 45 - 6 - p. 359

Ouvrages Généraux

- (40) PERRY - Chemical Engineers Handbook Mc Graw Hill 1950
- (41) GIVAUDAN - MASSOT - BENSIMON - Précis de Génie Chimique Berger - Levrault - Tome I
- (42) WIBER - Techniques de laboratoire en Chimie Organique - Dunod
- (43) STAGE - BOSE - Die Belastungsverhältnisse in Füllkörpersäulen Springer - Verlag 1962
- (44) BOURON - Calcul et disposition des appareils de distillation Librairie polytechnique. Ch. Béranger
- (45) KIRSCHBAUM - Destillier und Rektifiziertchnik (1960) Springer Verlag
- (46) R.J. HENGSTEBECK - Distillation Reinhold Publishing Corporation 1961
- (47) W.S. NORMAN - Absorption - Distillation - Cooling - Towers 1961 Longmans
- (48) LEVA - Tower Packings and Packed Tower Design
- (49) Techniques de l'Ingénieur : Constantes physiques
- (50) PARIS - Procédés de rectification dans l'industrie chimique - Dunod 1959
- (51) W. JOST - Diffusion in solids - liquids - gases - Academic Press inc. Publishers - New-York 1952
- (52) Formulaire SERGOT n° 61
- (53) LE GOFF - Cours de Génie Chimique E.N.S.I.C. Nancy
- (54) G. EMSCHWILLER - Chimie Physique P.U.F. Paris 1959

TABLE DES MATIERES

	<u>page</u>
<u>SYMBOLES ET UNITES</u>	1
<u>INTRODUCTION</u>	3
<u>CHAPITRE I</u>	
I - Généralités	7
II - Etude sommaire des phénomènes de transfert à l'interface	8
III - Adaptation de la structure du garnissage aux mécanismes de transfert	13
<u>CHAPITRE II</u>	
I - Description des garnissages MULTIKNIT	15
II - Etude mécanique et réalisation des garnissages	24
III - Caractéristiques physiques statiques des garnissages	30
<u>CHAPITRE III</u>	
ETUDE AERODYNAMIQUE DES GARNISSAGES MULTIKNIT	
I - Généralités	37
II - Dispositif expérimental et méthode de mesure	37
III - Résultats obtenus	38
<u>CHAPITRE IV</u>	
ETUDE DE LA DISTRIBUTION ET DE LA REDISTRIBUTION DES PHASES DANS UNE COLONNE GARNIE	
I - Nécessité d'une distribution uniforme	45
II - Fonctions que doit remplir un plateau distributeur	46
III - Description du plateau distributeur définitif	50
IV - Etude des ajutages	51
V - Principe du calcul des dimensions d'un plateau distributeur	52
VI - Caractéristiques dynamiques des plateaux utilisés	55

CHAPITRE V

ETUDE QUALITATIVE DES ECOULEMENTS AU SEIN D'UNE COUCHE ELEMENTAIRE DU GARNISSAGE	57
I - Description et justification du dispositif expérimental	58
II - Observation des écoulements dans un garnis- sage soumis à une distribution uniforme de liquide	63
III - Etude des écoulements dans un garnissage soumis à une distribution localisée de liquide	70
IV - Dispersion d'une phase incidente dans une phase uniforme	73

CHAPITRE VI

ETUDE DES CARACTERISTIQUES DYNAMIQUES D'UN GARNISSAGE EN COLONNE "AIR-EAU"	
I - Justification d'une étude hydrodynamique	75
II - Description du modèle définitif	78
III - Etude de la répartition de l'écoulement du liquide dans une section droite d'un garnissage	87
VI - Enchaînement des mesures	93 bis
V - Résultats expérimentaux	97
VI - Rétention dynamique et perte de charge	117
VII - Utilisation pratique des diagrammes	123
VIII - Influence de quelques paramètres sur le com- portement dynamique des garnissages étudiés	127

CHAPITRE VII

ETUDE DE L'EFFICACITE DES GARNISSAGES MULTIKNIT EN COLONNES A DISTILLER	
I - Généralités	139
II - Mélange binaire utilisé pour les essais en colonne à distiller de diamètre 235 mm	141
III - Description de l'unité de distillation	147
IV - Méthode de mesure	153
V - Détermination de l'efficacité des garnissages	157
VI - Détermination du régime hydrodynamique de la colonne	166

VII - Résultats obtenus en colonne à distiller de diamètre 235 mm	174
VIII - Essais en colonne de laboratoire de diamètre 25 mm	185
IX - Essais industriels en colonne de diamètre 275 mm	191
X - Influence de quelques paramètres sur l'effica- cité et la perte de charge	199

<u>CONCLUSION</u>	207
-------------------	-----

<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	219
----------------------	-----

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

DETERMINATION DU FACTEUR D'EMISSION DES SOLIDES

Vu :

Les Membres du Jury

Vu et approuvé :

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

J. BRACONNIER

Vu et accordé le permis d'imprimer :

Lyon le 3 novembre 1964

Le Recteur,

Président du Conseil de l'Université,

P. LOUIS

